



Université  
de Toulouse

# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par *L'Institut National Polytechnique de Toulouse*  
Discipline ou spécialité : *Sciences et génie des matériaux*

---

Présentée et soutenue par *Chomette Sébastien*  
Le 06/11/09

Titre : *Etude des évolutions microstructurales et comportement mécanique des alliages  
base nickel 617 et 230 à haute température*

---

### JURY

*A. Deschamps (président)*  
*K. Wolski (rapporteur)*  
*P. Spätig (rapporteur)*  
*R. Chieragatti (examineur)*  
*B. Viguié (examineur)*  
*J.-M. Gentzbitel (examineur)*  
*M. Blat-Yrieix (invitée), S. Dubiez Le Goff (invitée)*

---

Ecole doctorale : *Ecole doctorale Sciences de la matière*  
Unité de recherche : *Institut Carnot CIRIMAT ENSIACET*  
Directeur(s) de Thèse : *Bernard Viguié*  
Rapporteurs : *K. Wolski (rapporteur)*  
*P. Spätig (rapporteur)*

# *Remerciements*

La majeure partie de ce travail de thèse a été réalisée dans le Laboratoire des systèmes hautes Températures et de l'Hydrogène au CEA de Grenoble. C'est donc tout naturellement que je remercie Philippe Bucci, chef du LTH, pour m'avoir permis d'effectuer cette thèse dans les meilleures conditions.

Je remercie en premier lieu Alexis Deschamps d'avoir accepté de présider mon jury de thèse, Krzysztof Wolski et Philippe Spätig d'avoir pris le temps de se plonger dans ce manuscrit en qualité de rapporteurs et Rémy Chieragatti d'examiner mon travail. Je remercie également Martine Blat-Yrieix et Sophie Dubiez Le Goff, partenaires du projet, d'avoir accepté d'assister à ma soutenance de thèse et de m'avoir suivi de loin au cours de cette thèse malgré les difficultés.

L'ensemble de cette étude n'aurait pas pu voir le jour sans la collaboration étroite et l'aide apportée par l'ensemble de mes collègues de travail sur Grenoble et Toulouse. J'ai eu beaucoup de plaisir à apprendre de chacun et à partager des idées dans les différents domaines abordés dans ce travail.

En premier lieu, je remercie les membres de l'équipe MEMO du CIRIMAT de Toulouse pour leur accueil chaleureux à chacune de mes visites, Eric Andrieu, Dominique Poquillon, Daniel Monceau, Christine Blanc et Jacques Lacaze... Une pensée particulière pour Jacques Lacaze pour m'avoir initié à l'Analyse Thermique Différentielle et Marie-Christine Lafont pour son aide en microscopie électronique en transmission.

Je remercie également l'ensemble de l'équipe du LTH du CEA pour la bonne humeur de chacun. Je remercie Bruno Riccetti, Denis Vincent, José Calapez et Patrick Lemoine pour leur initiation aux essais mécaniques. Merci à Isabelle Chu pour m'avoir fait profiter de ses compétences dans le domaine de la préparation métallographique. Merci au reste de l'équipe du C1 pour les discussions fructueuses, Patrick Le Gallo, Raphaël Couturier, Guilhem Roux, Gatien Fleury, Olivier Gillia, Laurent Briottet et Magali Reytier. Une pensée amicale à la joyeuse équipe du D1 pour leur aide sur le développement de l'expérimentation de fatigue relaxation sous vide : Bruno Oresic, Fabien Vidotto, Jean-Marc Leibold, Thierry Portra ainsi que tous ceux que je n'ai pas cités.

Je remercie chaleureusement Laure Guétaz, Cyril Cayron, Nathalie Scheer et Alexandre Montani pour leur aide sur la microscopie électronique. Merci à Jacques Pocachard de m'avoir fait confiance sur la poursuite du projet sur la perméation à haute température.

Je tiens tout particulièrement à remercier Jean-Marie Gentzbittel, responsable de cette thèse au CEA de Grenoble. Je lui suis très reconnaissant de m'avoir guidé et encouragé durant ces trois années.

Mes plus profonds remerciements à mon directeur de thèse Bernard Viguier pour son soutien et sa présence malgré la distance. Je le remercie également pour le souffle nouveau apporté lors des nombreuses discussions téléphoniques et réunions sur Toulouse et Grenoble. Merci à lui d'avoir passé de longues soirées pour la préparation des différents papiers et la correction de ce manuscrit de thèse.

Je pense également à tous ceux que j'ai côtoyés durant cette thèse et qui ont rendu cette aventure agréable, à mes collègues thésards, stagiaires et DRT.

Enfin, je remercie mes parents pour leur soutien et leur aide en toutes circonstances. J'associe aussi mes amis à ces remerciements. Bien entendu, je remercie ma moitié, Audrey, pour son aide précieuse, sa bonne humeur en toute circonstance, et ses nombreux encouragements.

# *Table des matières*

Introduction et contexte.....	1
<b>0.1. Les Réacteurs à Haute Température de nouvelle génération .....</b>	<b>3</b>
0.1.1. Présentation et avantages du VHTR (Very High Temperature Reactor) .....	3
0.1.2. Expérience et retour d'expériences des VHTR .....	4
0.1.3. IHX (Intermediate Heat eXchanger) .....	5
<b>0.2. Problématique et objectifs de la thèse .....</b>	<b>7</b>
Chapitre I.....	9
<b>I.1. Evolution de microstructure lors de vieillissements thermiques .....</b>	<b>11</b>
I.1.1. Microstructure de l'état de réception .....	11
I.1.2. Microstructure après vieillissement thermique sans charge.....	13
I.1.3. Dureté .....	22
<b>I.2. Propriétés mécaniques .....</b>	<b>24</b>
I.2.1. Fluage .....	24
I.2.2. Traction .....	28
I.2.3. Fatigue et fatigue relaxation .....	31
Chapitre II .....	35
<b>II.1. Matériaux.....</b>	<b>37</b>
II.1.1. Inconel 617 .....	37
II.1.2. Haynes 230.....	38
<b>II.2. Techniques expérimentales.....</b>	<b>39</b>
II.2.1. Vieillissements thermiques sans charge .....	39
II.2.2. Traction .....	39
II.2.3. Fluage .....	40
II.2.4. Vieillissement sous charge .....	43
II.2.5. Fatigue et fatigue relaxation .....	44
<b>II.3. Techniques d'analyse .....</b>	<b>50</b>
II.3.1. Préparation des échantillons pour les études microstructurales .....	50
II.3.2. Microscopie .....	50
II.3.3. Dureté .....	50
II.3.4. Analyse thermique différentielle (ATD) .....	51
Chapitre III .....	53
<b>III.1. Microstructure à l'état de réception.....</b>	<b>55</b>
III.1.1. Inconel 617.....	55
III.1.2. Haynes 230.....	58
<b>III.2. Microstructure après vieillissements thermiques sans charge.....</b>	<b>60</b>
III.2.1. Inconel 617.....	60
III.2.2. Haynes 230.....	68
III.2.3. Dureté .....	75
III.2.4. Conclusions sur l'évolution de microstructure des alliages après vieillissements thermiques .....	78

<b>III.3. Analyse Thermique Différentielle (ATD).....</b>	<b>83</b>
III.3.1. Description des essais.....	83
III.3.2. Analyse des résultats d'ATD pour un échantillon en cœur de barre.....	83
III.3.3. Autres informations tirées des essais d'ATD.....	90
III.3.4. Conclusions sur l'analyse thermique différentielle.....	91
<b>III.4. Microstructure après vieillissement thermique sous faible charge .....</b>	<b>93</b>
III.4.1. Inconel 617.....	93
III.4.2. Haynes 230.....	97
III.4.3. Conclusions sur le vieillissement sous charge .....	99
Chapitre IV.....	101
<b>IV.1. Fluage .....</b>	<b>103</b>
IV.1.1. Inconel 617.....	103
IV.1.2. Haynes 230.....	118
<b>IV.2. Traction.....</b>	<b>125</b>
IV.2.1. Inconel 617.....	125
IV.2.2. Haynes 230.....	129
<b>IV.3. Fatigue et fatigue relaxation.....</b>	<b>133</b>
IV.3.1. Inconel 617.....	133
IV.3.2. Haynes 230.....	141
Chapitre V.....	147
<b>V.1. Comportement mécanique des deux alliages à 850°C et 950°C.....</b>	<b>149</b>
V.1.1. Vieillissements thermiques sous faible charge ou sans charge.....	149
V.1.2. Comportement des alliages à 850°C .....	149
V.1.3. Comportement des alliages à 950°C .....	159
V.1.4. Conclusions sur le comportement des matériaux à 850°C et 950°C.....	166
<b>V.2. Influence de l'hétérogénéité de microstructure sur le comportement mécanique des alliages.....</b>	<b>168</b>
V.2.1. Durcissement par solution solide ou par précipitation ? .....	168
V.2.2. Hétérogénéité de microstructure de l'Inconel 617 .....	168
Conclusions et perspectives .....	171
Références bibliographiques .....	177
Annexes.....	183

# *Introduction et contexte*

## ***Sommaire du chapitre***

<b>0.1. Les Réacteurs à Haute Température de nouvelle génération .....</b>	<b>3</b>
0.1.1. Présentation et avantages du VHTR (Very High Temperature Reactor) .....	3
0.1.2. Expérience et retour d'expériences des VHTR .....	4
0.1.3. IHX (Intermediate Heat eXchanger) .....	5
<b>0.2. Problématique et objectifs de la thèse .....</b>	<b>7</b>

## 0.1. Les Réacteurs à Haute Température de nouvelle génération

### 0.1.1. Présentation et avantages du VHTR (Very High Temperature Reactor)

Dans l'optique d'une démarche de développement durable et de prévention des risques de changement climatique, dix pays dont la France ont formé en 2000 le forum international « *Generation IV* » dont l'initiative provient du gouvernement des Etats Unis par l'intermédiaire du *Department of Energy* (DOE). Le principe fondateur de ce forum est la reconnaissance par les pays membres des atouts de l'énergie nucléaire pour satisfaire les besoins énergétiques croissants dans le monde. Il se concrétise par l'engagement d'une R&D internationale chargée de définir, développer et permettre le déploiement de systèmes nucléaires de 4<sup>ème</sup> génération à l'horizon 2030. Quatre objectifs principaux ont été définis afin de caractériser ces systèmes :

- *Développement durable* : minimisation de la consommation en matière première et de la production de déchets en optimisant l'utilisation du combustible,
- *Economie* : minimisation des coûts (investissements, combustible, exploitation) entraînant un coût de production compétitif,
- *Sûreté et Fiabilité* : hauts niveaux de sécurité limitant au maximum les déplacements de population dus à des incidents internes,
- *Non-prolifération* : protection améliorée contre les agressions externes.

A l'issue de « *Generation IV* », six concepts de réacteurs nucléaires les plus prometteurs ont été sélectionnés permettant de satisfaire la diversité des besoins à couvrir et des contextes internationaux en ne se limitant pas à un système unique. Ces concepts sont les suivants :

- **SFR (Sodium cooled Fast Reactor)** : Réacteur à neutrons rapides à caloporteur sodium,
- **LFR (Lead cooled Fast Reactor)** : Réacteur à neutrons rapides à caloporteur plomb,
- **GFR (Gas Cooled Fast Reactor)** : Réacteur à neutrons rapides à caloporteur gaz,
- **SCWR (Supercritical Water cooled Reactor)** : Réacteur à eau supercritique,
- **MSR (Molten Salt Reactor)** : Réacteur à sels fondus,
- **VHTR (Very High Temperature Reactor)** : Réacteur à très haute température.

La France a exprimé lors de ce forum son intérêt pour les deux Réacteur à Caloporteur Gaz (RCG) : le réacteur à neutrons rapides GFR et le réacteur à très haute température VHTR.

Le système VHTR correspond à un réacteur à neutrons thermiques d'une puissance thermique de 600 MWth refroidi par hélium. En comparaison des autres concepts de réacteurs cités précédemment, il se distingue par ses nombreux avantages :

- D'un point de vue économique, les développements techniques rendent envisageables la production d'électricité par cycle direct à hélium, mais également l'utilisation de la chaleur importante par un cycle combiné, pour la production d'hydrogène par exemple. L'utilisation du caloporteur He permet de par l'accès aux hautes températures d'obtenir des rendements thermodynamiques élevés de l'ordre de 50% (contre environ 30% pour les Réacteurs à Eau Pressurisée actuels) et de par l'utilisation de pressions élevées de limiter les puissances de pompage ;



- Un caractère réfractaire, une conductivité thermique acceptable, une faible puissance spécifique, une grande inertie thermique et enfin, un coefficient de température modérateur très négatif associés à des effets de densité caloporteur pratiquement inexistant sont les principales caractéristiques du combustible qui confèrent au VHTR un niveau de sécurité supérieur aux autres filières. Ceci permet également de situer ce type de réacteur dans une position favorable pour répondre aux exigences requises pour les réacteurs du futur ;

- D'un point de vue radioprotection, la neutralité chimique ainsi que la transparence aux neutrons de l'hélium conduisent à des débits d'équivalent de dose très faibles.

### 0.1.2. Expérience et retour d'expériences des VHTR

Les réacteurs à haute température ont connu une phase de développement importante illustrée par le fonctionnement de réacteurs expérimentaux et de prototypes de 1964 à 1989, en Europe et aux Etats Unis. Les résultats génériques ont été positifs (combustible à particules enrobées, refroidissement par l'hélium, sûreté). Cependant, pour diverses raisons, dont le ralentissement des investissements nucléaires, la tentative industrielle a été un échec.

Depuis quelques années, du fait des divers avantages et d'une expérience solide positionnant le concept VHTR dans les systèmes « *Generation IV* », les réacteurs à haute température suscitent un regain d'intérêt dans plusieurs pays et se positionnent pour des puissances inférieures à 600 MWth afin de tirer parti de leurs caractéristiques de sûreté passive.

Fort des expériences antérieures et afin de minimiser les développements des systèmes de conversion d'énergie, le concept VHTR s'est orienté vers un cycle combiné en se servant des connaissances technologiques des turbines à gaz actuelles montrant une très bonne efficacité. En comparaison d'un cycle direct ne permettant de produire que de l'électricité par le biais d'une turbine, un cycle indirect permet de fournir une source de chaleur flexible, pouvant passer d'une application calogène uniquement à de la co-génération sans modifier la boucle primaire du réacteur. De nombreux efforts de recherche se sont portés sur le développement de l'IHX (Intermediate Heat eXchanger), échangeur thermique situé entre les circuits primaires et secondaires d'un réacteur à haute température. Le schéma d'un VHTR couplé avec un IHX est présenté sur la Figure 0-1.

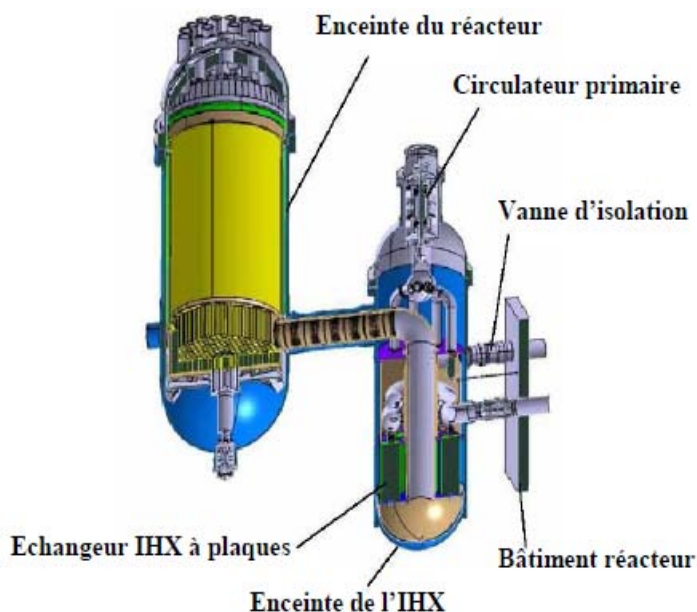


Figure 0-1 : Schéma d'un réacteur VHTR à combustible prismatique couplé à un échangeur intermédiaire de chaleur IHX en configuration échangeur à plaques [LEDERMANN 06].

### 0.1.3. IHX (Intermediate Heat eXchanger)

Le cahier des charges de l'échangeur intermédiaire de chaleur entre le circuit primaire et secondaire du réacteur (IHX) impose un certain nombre de contraintes portant sur :

- *Le design* : compacité, haute résistance thermomécanique, transfert thermique important, faible perte de charge, pas de fuite ;
- *Les propriétés des matériaux requises à la température de fonctionnement* :
  - Bon comportement en traction, résilience, fluage, fatigue, fatigue relaxation,
  - Bonne résistance à la corrosion,
  - Fabrication et assemblage aisés : formage général, formage des canaux (usinage, gravage chimique...), soudage diffusion des plaques, brasage d'ailettes, tenue en pression des jonctions, soudabilité des extrémités...

La sélection des matériaux s'est orientée sur deux alliages base nickel en solution solide : l'Inconel 617 et le Haynes 230. Deux types de configurations de l'échangeur sont actuellement envisagés : à plaques (usinées, gravées chimiquement, embouties ou à ailettes) (cf. Figure 0-2), ou tubulaire. Le second design, utilisé dans les réacteurs expérimentaux, correspond à la solution de repli. En effet, pour permettre un échange thermique convenable dans le cas des prototypes construits dans les années 1970-80, la taille de l'échangeur nécessitait la construction d'un bâtiment dédié uniquement à l'IHX. De nouvelles idées d'échangeurs compacts innovants sont également à l'étude utilisant des mousses métalliques ou des tubes capillaires.

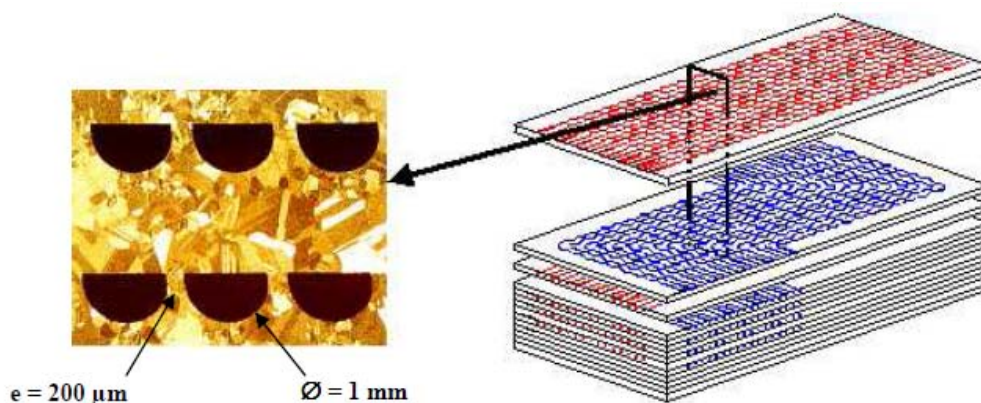


Figure 0-2 : Exemple d'échangeur à plaques en 316L assemblées par diffusion de la société Heatric (système à contre courant) [LEDERMANN 06].

Les conditions de fonctionnement dans le cas d'un VHTR fonctionnant à 1000°C et couplé avec un IHX en situation normale sont reportées sur la Figure 0-3. Ces dernières peuvent être modifiées suivant l'utilisation et le design de l'échangeur. Ainsi, afin de rester dans le domaine d'utilisation de matériaux métalliques pour l'échangeur thermique, la température maximale en sortie du réacteur a été limitée à 850°C en conditions normales d'utilisation. Les spécifications préliminaires de l'IHX sont reportées dans Tableau 0-1, dans le cas d'un réacteur VHTR de température de sortie de cœur de 850°C et dont l'efficacité de l'échangeur est fixée à 90%. Dans ce cas, la puissance du réacteur s'élève à 610 MWth.

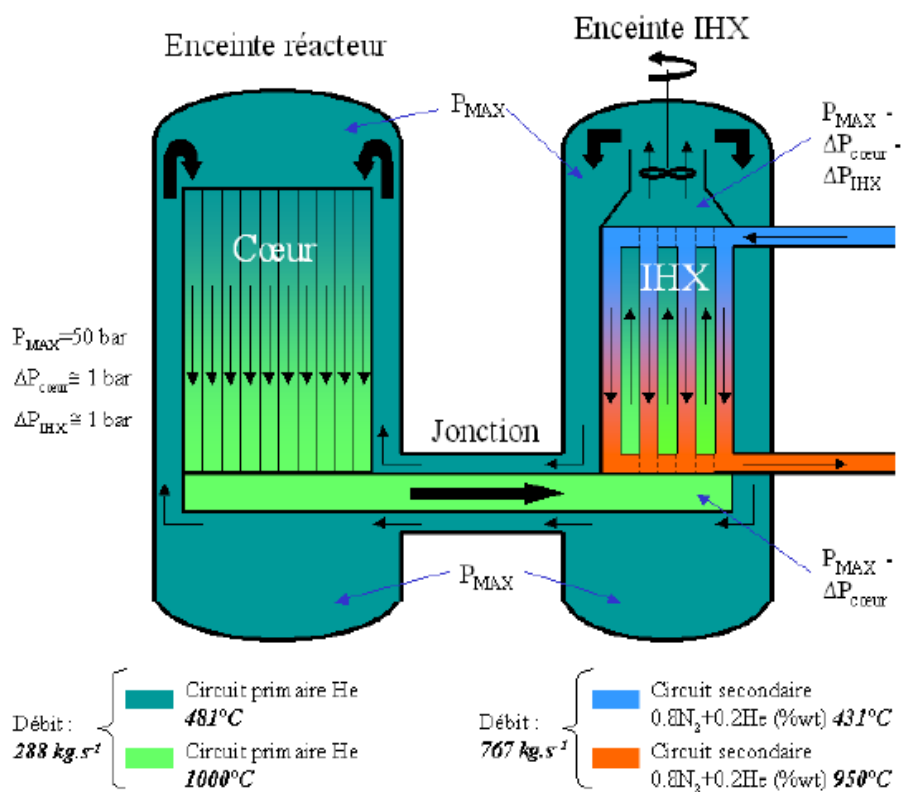


Figure 0-2 : Conditions de fonctionnement d'un VHTR couplé avec un IHX (AREVA NP).

Tableau 0-1 : Spécifications de fonctionnement de l'IHX suivant le design dans le cas d'une température de sortie de cœur de  $850^\circ\text{C}$  (puissance 610 MWth) (données AREVA NP).

	Concept tubulaire		Concept par plaques	
	Circuit primaire	Circuit secondaire	Circuit primaire	Circuit secondaire
Fluide caloporteur	Hélium	80% N <sub>2</sub> , 20% He en masse	Hélium	80% N <sub>2</sub> , 20% He en masse
Débit (kg.s <sup>-1</sup> )	288	767	288 (alternative 231)	767 (alternative 614)
Température d'entrée (°C)	850	398	850	398 (alternative 298)
Température de sortie (°C)	443	805	443 (alternative 343)	805
Pression d'entrée (MPa)	6	5,5	7 (alternative 5)	6,5 (alternative 4,5)
Perte de pression maximale (%)	2	4	1,5 (alternative 2)	3 (alternative 4)
Efficacité (%)	90		90	

En se référant aux données du tableau précédent, dans un échangeur à contre-courant, le gradient thermique entre les circuits primaire et secondaire sera au maximum de 45°C et la pression interne inférieure ou égale à 7 MPa en conditions normales d'utilisation. Malgré une température maximale fixée à 850°C, ces valeurs paraissent faibles et les superalliages proposés pour fabriquer l'échangeur peuvent largement supporter les diverses contraintes engendrées lors de l'utilisation du réacteur d'après les données des fabricants. Cependant, d'autres paramètres sont également à prendre en compte : la faible épaisseur de certains parois (cf. Figure 0-2), les régimes transitoires ainsi que les conditions d'urgence (gradients de température et de pression importants).

## **0.2. Problématique et objectifs de la thèse**

Afin de répondre aux contraintes sévères subies par les parties chaudes du circuit de refroidissement contenant de l'hélium en sortie des Réacteurs à Haute Température, l'alliage base nickel en solution solide Inconel 617 a été sélectionné dans les années 1980 pour le projet allemand grâce à ses propriétés mécaniques, sa stabilité thermique et sa résistance à la corrosion. Au cours de ce projet, le design sélectionné pour réaliser l'échangeur intermédiaire de chaleur IHX était tubulaire et nécessitait la construction d'un bâtiment spécialement dédié à cette partie du réacteur du fait de sa taille imposante pour satisfaire aux exigences du cahier des charges. Le projet ANTARES d'AREVA NP, en partenariat avec EDF et le CEA, démarré au début des années 2000 vise l'utilisation de designs d'échangeur beaucoup plus compacts et révolutionnaires afin d'intégrer l'IHX directement dans le bâtiment réacteur. En se basant sur l'expérience importante acquise sur l'Inconel 617 au cours du projet allemand, il est apparu nécessaire de continuer à alimenter la base de données des propriétés mécaniques de cet alliage et de mieux comprendre les évolutions microstructurales apparaissant durant ces essais. Un second alliage base nickel en solution solide prometteur, le Haynes 230 a également été sélectionné dans le cadre du projet ANTARES. Cet alliage, plus récent que l'alliage 617, nécessite une étude approfondie de ses propriétés mécaniques afin d'obtenir suffisamment de données pour une comparaison avec le 617 dans les conditions réelles d'utilisation dans le cadre de l'IHX et d'évaluer les limites d'utilisation de ces deux alliages.

L'objectif de cette thèse est d'étudier le comportement mécanique de l'Inconel 617 et du Haynes 230 aux plus hautes températures envisagées dans le projet ANTARES (850°C et 950°C) en couplant divers types d'essais avec des prétraitements thermomécaniques effectués sur les matériaux. Cette étude permettra d'appréhender l'influence de ces traitements préalables sur les propriétés mécaniques et de mieux comprendre les évolutions microstructurales apparaissant au sein des matériaux dans des conditions reproduisant la fabrication et le fonctionnement de l'IHX.

Ce mémoire s'articule autour de cinq parties :

- La première partie est une étude bibliographique composée de deux principaux volets : le premier traitant des évolutions microstructurales observées lors des vieillissements thermiques et la seconde des différentes propriétés mécaniques des deux alliages et des paramètres influents sur ces propriétés.
- Le chapitre II est consacré à la présentation des matériaux ainsi qu'à la présentation des techniques expérimentales utilisées pour étudier le comportement mécanique et pour caractériser les évolutions de microstructure des matériaux.
- La troisième partie est dédiée à l'étude de l'évolution microstructurale de l'Inconel 617 et du Haynes 230 lors des vieillissements thermiques simples ou en appliquant une faible charge.

- Le chapitre IV, dédié au comportement mécanique des matériaux, s'articule en trois sous parties suivant les types d'essais effectués : fluage dans une première partie, traction dans une deuxième et enfin fatigue et fatigue relaxation. L'influence de traitements thermomécaniques préalables sur les alliages a été étudiée pour les deux premiers types d'essais.
- La dernière partie est une discussion de synthèse dans laquelle sont confrontées les propriétés mécaniques des deux alliages à 850°C et 950°C en s'intéressant tout particulièrement à l'influence des carbures sur ces propriétés. Le comportement mécanique des matériaux est évalué vis-à-vis des spécifications imposées dans le cahier des charges de l'échangeur intermédiaire de chaleur.

# Chapitre I

## *Revue bibliographique*

## ***Sommaire du chapitre***

<b>I.1. Evolution de microstructure lors de vieillissements thermiques .....</b>	<b>11</b>
I.1.1. Microstructure de l'état de réception .....	11
I.1.1.1. Inconel 617 .....	11
I.1.1.2. Haynes 230 .....	12
I.1.2. Microstructure après vieillissement thermique sans charge.....	13
I.1.2.1. Inconel 617 .....	13
I.1.2.2. Haynes 230 .....	18
I.1.3. Dureté .....	22
I.1.3.1. Inconel 617 .....	22
I.1.3.2. Haynes 230 .....	23
<b>I.2. Propriétés mécaniques .....</b>	<b>24</b>
I.2.1. Fluage .....	24
I.2.1.1. Inconel 617 .....	24
I.2.1.2. Haynes 230 .....	27
I.2.2. Traction .....	28
I.2.2.1. Inconel 617 .....	28
I.2.2.2. Haynes 230 .....	30
I.2.3. Fatigue et fatigue relaxation .....	31
I.2.3.1. Inconel 617 .....	31
I.2.3.2. Haynes 230 .....	34

## I.1. Evolution de microstructure lors de vieillissements thermiques

### I.1.1. Microstructure de l'état de réception

#### I.1.1.1. Inconel 617

Suivant la forme finale donnée au matériau, l'Inconel 617 subit une déformation à froid (plaques, feuilles) ou à chaud (barre) lors des traitements thermomécaniques initiaux. Dans tous les cas, le traitement thermomécanique est suivi d'un traitement thermique de revenu à 1177°C de quelques dizaines de minutes à quelques heures. Le matériau subit ensuite une trempe à l'eau ou à l'air. L'alliage en sortie de trempe constitue l'état de réception de l'Inconel 617 sous toutes ses formes. A l'état de réception, la microstructure du matériau est la suivante :

- Les zones intragranulaires comme certains joints de grains contiennent de gros précipités facettés de type MC de couleur orangée. TAKAHASHI et al. [TAKAHASHI 78] identifient ces derniers comme des particules de TiN entourées de TiC. D'autres types de carbures de type MC et M<sub>2</sub>C principalement constitués de Mo sont décrits dans la littérature [TAKAHASHI 78] [WU 06] [GARIBOLDI 08].
- Un deuxième type de carbure primaire de formule M<sub>6</sub>C se rencontre à la fois à l'intérieur des grains comme aux joints de grains pouvant être de forme globulaire ou facettée. La formule chimique moyenne de ces carbures est Mo<sub>3</sub>Cr<sub>2</sub>(Ni, Co)<sub>1</sub>C [TAKAHASHI 78]. Cependant, MANKINS et al. [MANKINS 84] n'identifient aucun carbure de composition M<sub>6</sub>C dans aucun de leurs échantillons du fait de la méthode d'extraction des précipités utilisée inadaptée dans le cas de l'Inconel 617. Leurs résultats sont basés sur une extraction électrochimique, contrairement à ceux de TAKAHASHI et al. [TAKAHASHI 78] (extraction chimique).
- Dans la littérature, l'ensemble des auteurs s'accorde sur la présence de carbures secondaires de type M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> principalement localisés aux joints de grains mais également à l'intérieur des grains [TAKAHASHI 78] à [KIMBALL 76]. La composition moyenne de type de carbure montre une forte teneur en Cr : Cr<sub>21</sub>Mo<sub>2</sub>C<sub>6</sub>.
- Enfin, des précipités  $\gamma'$  (Ni<sub>3</sub>Al) de petite taille ont été révélés par TAKAHASHI et al. [TAKAHASHI 78] ainsi que par WU [WU 06]. Ces auteurs sont les seuls à identifier ce type de précipité à l'état de réception.

En posant diverses hypothèses concernant la composition des précipités présents dans l'Inconel 617 à l'état de réception, TAKAHASHI et al. [TAKAHASHI 78] ont pu estimer la composition chimique en pourcentage massique de l'ensemble des phases récupérées après extraction chimique (Tableau I-1). Ils ont également établi le pourcentage massique de chaque type de précipités d'échantillons d'Inconel 617 à l'état de réception (Tableau I-2). Des carbures de molybdène de type MC ont été identifiés dans le matériau, mais leur nombre étant faible à l'état de réception, ils ont été considérés comme inexistantes pour simplifier les calculs.

Tableau I-1 : Abondance en éléments chimiques de l'ensemble de l'extraction (% massique) [TAKAHASHI 78].

Cr	Mo	Ti	Ni	Co	Al	C
40,3	20,8	12,5	6,2	2,5	0,4	4,6



Tableau I-2 : Composition des précipités issus de l'extraction chimique (% massique) (TAKAHASHI et al. [TAKAHASHI 78]).

$M_{23}C_6 = Cr_{21}Mo_2C_6$	$M_6C = Mo_3Cr_2(Ni, Co)_1C$	$Ti(C, N) = TiN$	$\gamma' = Ni_3Al$
46,61	25,48	18,20	2,22

#### I.1.1.2. Haynes 230

Comme l'Inconel 617, suivant la forme finale donnée au matériau, le Haynes 230 subit une déformation à froid ou à chaud. Cependant le traitement thermique de remise en solution de cet alliage est réalisé à plus haute température et pour une durée plus courte (1230°C pendant 15 minutes). Le matériau subit une trempe à l'eau ou à l'air en fin de traitement. Cet état constitue l'état de réception du Haynes 230.

La microstructure du Haynes 230 à l'état de réception a été peu étudiée dans la littérature. Les rares observations sont les suivantes :

- Le Haynes 230 présente des précipités primaires répartis de manière homogène dans tout le matériau [TAWANCY 92] [JORDAN 99]. Ces précipités sont des carbures de type  $M_6C$ , dont la composition moyenne est  $Ni_3W_3C$ . Cette précipitation semble due aux processus thermomécaniques subis par le matériau [TAWANCY 92].
- Un second type de précipités apparaît dans de rares joints de grains dès l'état de réception. Ces précipités sont des carbures riches en chrome dont la composition moyenne est  $Cr_{21}(W, Mo)_2C_6$ .

La phase de refroidissement semble être un paramètre important du traitement thermique initial qui conditionnerait la morphologie des carbures de type  $M_{23}C_6$ . Dans le cas d'un refroidissement sous air, les joints de grains contiennent des carbures  $M_{23}C_6$  riches en Cr de morphologie lamellaire, alors qu'après une trempe à l'eau, ces carbures sont plutôt de forme globulaire [TAWANCY 92] (Figure I-1).

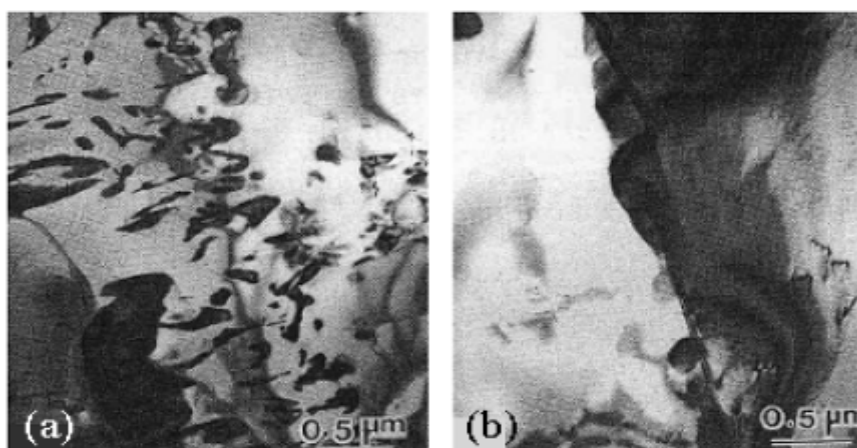


Figure I-1 : Morphologie des carbures de type  $M_{23}C_6$  aux joints de grains après traitement thermique à 1230°C suivi de (a) refroidissement sous air, (b) trempe à l'eau, (MET) [TAWANCY 92].

Cependant, il faut prendre en compte le fait que ces expériences portant sur l'influence de la vitesse de refroidissement du traitement thermique initial sur la morphologie des  $M_{23}C_6$  ont été réalisées sur des échantillons extraits d'une tôle de faible épaisseur (1 mm). La vitesse de refroidissement d'une tôle étant très rapide et quasi homogène sur toute l'épaisseur, ces

résultats sont difficiles à confirmer dans le cas d'une barre ou d'une plaque épaisse, mises en forme utilisées au cours de cette étude.

### I.1.2. Microstructure après vieillissement thermique sans charge

Le vieillissement thermique sans charge provoque des évolutions de microstructure variables suivant la température et la durée de l'essai sur l'Inconel 617 et le Haynes 230. Voici un inventaire des différents résultats de la littérature sur le sujet en les classant suivant la température et la durée de vieillissement. Ces résultats portent sur des essais à des températures supérieures à 480°C pour l'Inconel 617 et 700°C pour le Haynes 230, l'utilisation de tels matériaux ne se justifiant pas pour de plus basses températures.

#### I.1.2.1. Inconel 617

La forme initiale du matériau à l'état de réception ainsi que les atmosphères utilisées durant les expériences par les différents auteurs sont reportées dans le Tableau I-3.

*Tableau I-3 : Atmosphères d'essais utilisées dans la littérature pour des essais de vieillissement thermique sur l'Inconel 617.*

Auteurs	Forme initiale du matériau	Atmosphères utilisées durant les essais
WU [WU 06]	Non précisée	Hélium (quantité d'impuretés inconnue)
TAKAHASHI et al. [TAKAHASHI 78]	Non précisée	Essais supposés sous air
KIRCHHOFFER et al. [KIRCHHOFFER 84]	Barres	Vide (sous ampoules de quartz)
KIHARA et al. [KIHARA 80]	Barres : Ø 25 mm, Ø 19 mm et Ø 16 mm	Essais supposés sous air
MINO et al. [MINO 78]	Plaque : épaisseur 13 mm	Essais supposés sous air

#### I.1.2.1.1. Revue générale sur les évolutions microstructurales lors de vieillissements thermiques sans charge

Les évolutions de microstructure de l'Inconel 617 suivant la température et la durée de vieillissement sans charge sont les suivantes :

- A 482°C : Concernant les carbures primaires, WU [WU 06] observe uniquement de nombreux précipités primaires de types MC riches en Ti (Ti(C,N)) et M<sub>6</sub>C riches en Mo intra et intergranulaires après 28300 h de vieillissement. Des précipités  $\gamma'$  nombreux et de petite taille sont également visibles à l'intérieur des grains. Des précipités du type Ni<sub>2</sub>(Mo,Cr) sont enfin visibles dans la matrice et présents uniquement à cette température. WU [WU 06] est le seul à relater la présence de ce type de précipité.
- De 482°C à 800°C : Des précipités  $\gamma'$  sont détectés dans la matrice après de très longues durées de vieillissement (plus de 30000 h), visibles uniquement à partir des clichés de diffraction [WU 06] (Figure I-2 (a)). Jusqu'à des durées de vieillissement de 1000 h à ces températures, la proportion de carbures de type M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> augmente avec la durée de l'essai. Ces précipités apparaissent principalement à l'intérieur des grains, au détriment du nombre de M<sub>6</sub>C [KIRCHHOFFER 84].

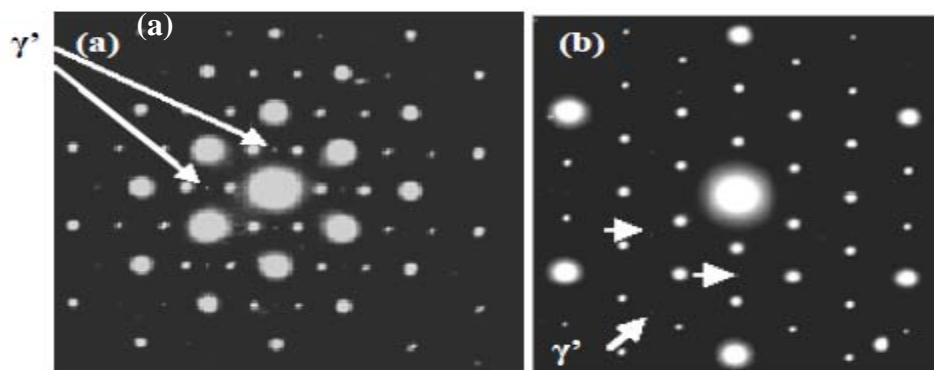


Figure I-2 : Figures de diffraction après vieillissement d'échantillons d'Inconel 617 [WU 06]: (a) figure de diffraction du plan [011] de la matrice et [122] d'un carbure  $M_6C$  à 704°C pendant 65600 h, (b) figure de diffraction du plan [011] à 871°C pendant 51850 h. Les flèches blanches montrent les réflexions dues aux  $\gamma'$ .

DRESHFIELD [DRESHFIELD 68] explique ce phénomène en se basant sur le pourcentage atomique en éléments réfractaires. Suivant son étude, dans le cas des superalliages, il définit une inéquation du type :

$$Cr > K_i (Mo + L.W)$$

avec  $Cr$ ,  $Mo$  et  $W$  respectivement les teneurs en chrome, molybdène et tungstène dans l'alliage (pourcentage atomique) et  $K_i$  et  $L$  deux constantes dont seule la première dépend de la température.

Lorsque cette inéquation est vérifiée, ce sont les carbures  $M_{23}C_6$  qui se forment préférentiellement au dépend des  $M_6C$ , et inversement. Dans la majeure partie des superalliages,  $K_i = 3,5$  et  $L = 0,4$  [DRESHFIELD 68]. Dans le cas de l'Inconel 617, cette inéquation est vérifiée de 482°C à 1050°C.

A 704°C, après des temps de vieillissement compris entre 43000h et 65600h, les deux types de carbures  $M_6C$  et  $M_{23}C_6$  sont toujours présents, mais la quantité de  $M_{23}C_6$  a augmenté en comparaison de l'état initial [WU 06]. Ce phénomène confirme donc les travaux de DRESHFIELD [DRESHFIELD 68], mais également que la décomposition des  $M_6C$  n'est pas totale après 65600h à cette température.

Pour des durées de vieillissements comprises entre 80 h et 1000 h à 700°C, des précipités de phase  $\delta$ -Ni<sub>3</sub>Mo de morphologie lamellaire peuvent être observés de part et d'autre des joints situés en bout de macle [GARIBOLDI 08].

- De 800°C à 871°C : Dans cet intervalle de température, des précipités de phase  $\gamma'$  de taille plus importante et moins nombreux qu'aux températures plus basses sont présents dans la matrice [WU 06]. Comme le montre la Figure I-2, une augmentation de la température de vieillissement de 704°C à 871°C pendant un temps de vieillissement très long (plus de 50000 h) entraîne une diminution de l'intensité des tâches de diffraction. Les carbures primaires  $M_6C$  disparaissent au profit des  $M_{23}C_6$  à 871°C après 39350h de vieillissement [WU 06].
- 1000°C : Selon KIHARA et al. [KIHARA 80], la dissolution des petits carbures intragranulaires  $M_{23}C_6$ , probablement métastables à 1000°C, permet la croissance des précipités intergranulaires plus stables. Ainsi, les précipités intragranulaires ont pratiquement disparu après une durée de 1000 h à 1000°C (Figure I-3). Après un traitement identique, MINO et al. [MINO 78] ont observé la migration de certains joints

de grains ou la formation d'îles laissant dans leur sillage de petits carbures intragranulaires aussi nombreux que dans la matrice environnante (Figure I-4). Cependant, il est difficile de savoir si cette migration s'est produite pendant les traitements thermomécaniques initiaux ou durant le vieillissement.

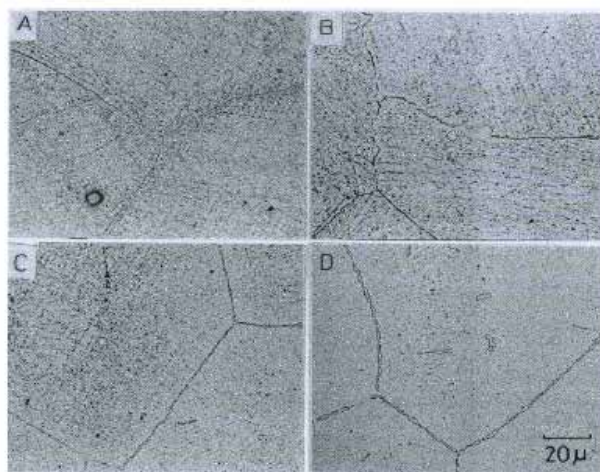


Figure I-3 : Evolution de la microstructure de l'Inconel 617 à 1000°C pendant (a) 1 h, (b) 10 h, (c) 100 h et (d) 1000 h, (MO) [KIHARA 80].

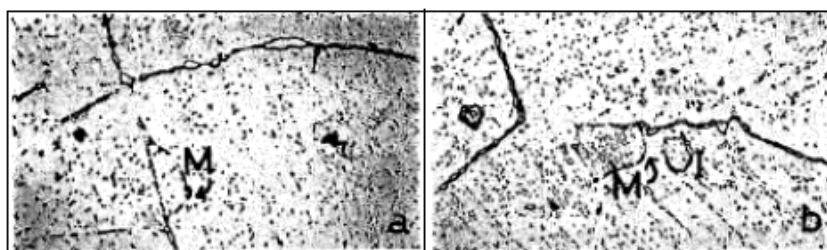


Figure I-4 : Migration de joints de grains observée sur des échantillons vieillis sans charge à 1000°C pendant 1000 h, (M, joint de grain ayant migré ; I, île créée lors d'une migration) (MO x500) [MINO 78].

Au niveau intergranulaire, KIHARA et al. [KIHARA 80] ont réalisé une observation intéressante en microscopie électronique à balayage sur un échantillon vieilli 100 h à 1000°C. En examinant la morphologie des carbures intergranulaires après une attaque chimique plus longue que de coutume, ils ont observé que les carbures  $M_{23}C_6$  intergranulaires ont une croissance dendritique dans le plan du joint (Figure I-5).

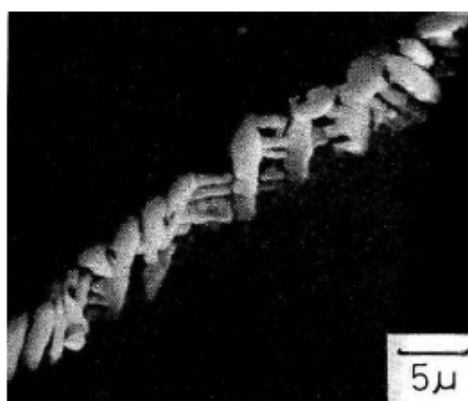


Figure I-5 : Précipitation dendritique de carbures  $M_{23}C_6$  aux joints de grains après 100 h de vieillissement à 1000°C [KIHARA 80].

Les précipités  $M_{23}C_6$  de certains joints de grains ne sont donc pas sphériques comme peuvent le montrer les coupes. Il faut être prudent sur l'interprétation de la morphologie des divers carbures dans le cas de l'Inconel 617.

- 1050°C : La plus haute température de vieillissement imposée sur l'Inconel 617 relevée dans la littérature est 1050°C [KIRCHHOFFER 84]. Après un vieillissement de 300 h à cette température, des carbures de type  $M_{12}C$  provenant de la transformation des carbures initiaux ( $M_6C$  et  $M_{23}C_6$ ) sont visibles à l'intérieur des grains. Il semble que cette phase ne soit pas stable à plus basse température, car aucun autre auteur n'en fait état.

En récoltant les informations sur la microstructure de nombreux échantillons vieillis à différentes températures pour différentes durées, KIRCHHOFFER et al. [KIRCHHOFFER 84] ont pu dresser un diagramme des différentes phases présentes dans l'Inconel 617 en fonction de la température et du temps d'exposition (Figure I-6). Le domaine situé en bas et à droite de cette figure représente une zone du diagramme dans laquelle des phases de types Laves pourraient apparaître. Cependant, aucune phase de ce type n'a été identifiée dans les résultats tirés de la littérature.

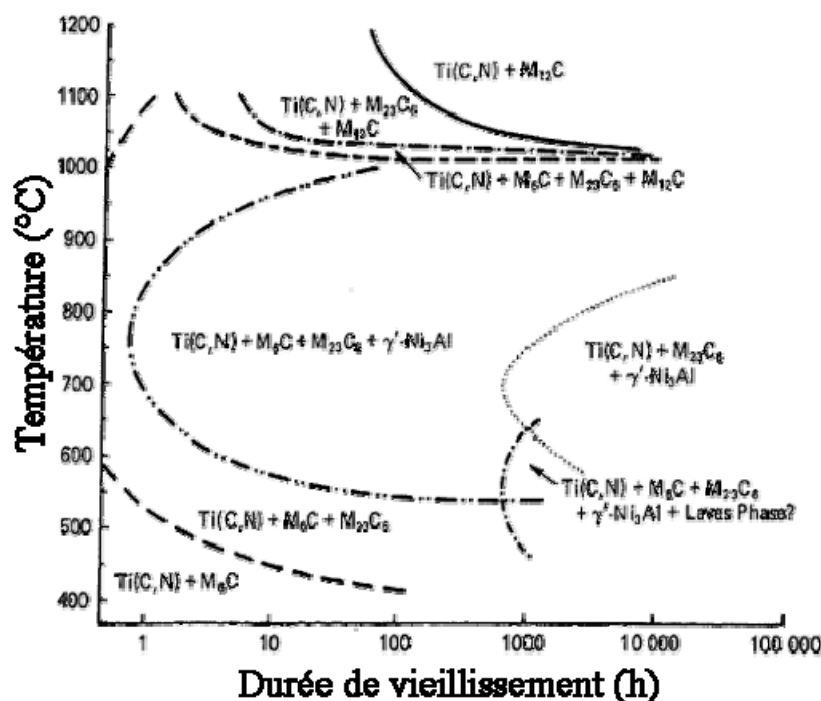
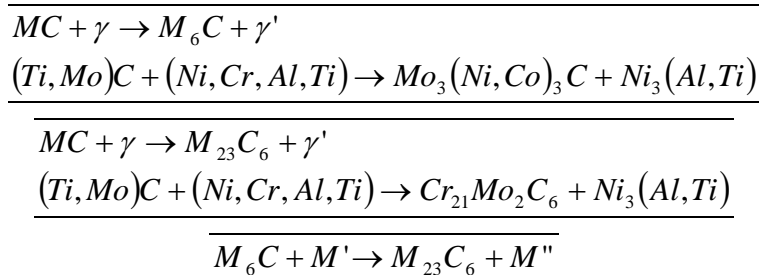


Figure I-6 : Diagramme des précipités présents dans l'Inconel 617 suivant la température et la durée d'exposition [KIRCHHOFFER 84].

Enfin, la disparition de certains types de précipités au cours de vieillissements thermiques effectués sur l'Inconel 617 met en évidence la décomposition de certains types de carbures. Les différentes réactions de décomposition pouvant intervenir sont les suivantes [WU 06] :



Dans la littérature, aucune décomposition de ce type pouvant se produire lors des traitements thermomécaniques initiaux n'a été observée dans l'état de réception de l'Inconel 617. Celles intervenant lors des vieillissements thermiques présentés ci-dessus sont rarement visibles sur des micrographies.

Un récapitulatif des différentes évolutions microstructurales se produisant dans l'Inconel 617 après vieillissement thermique sans charge et extraites de la littérature est reporté dans le Tableau I-4.

*Tableau I-4 : Tableau récapitulatif des observations tirées de la littérature sur l'évolution de la microstructure de l'Inconel 617 lors de vieillissements thermiques sans charge en fonction de la température et de la durée des essais [TAKAHASHI 78] [WU 06] [KIRCHHOFFER 84] [KIHARA 80] [MINO 78].*

Température		Durée de maintien en température	Observations
A 482°C		28300h	Présence de précipités $\gamma'$ nombreux et de petite taille dans la matrice $\gamma$ , Présence $\text{Ni}_2(\text{Mo}, \text{Cr})$ et disparition à plus haute température.
De 482°C à 800°C	De 482°C à 600°C	De 28300 h à 65600 h	Présence de précipités $\gamma'$ dans la matrice $\gamma$ .
	De 600°C à 800°C	De 28300 h à 65600 h	Présence de $\text{M}_{23}\text{C}_6$ intragranulaire dont le nombre augmente avec la durée de l'essai, Présence de phase $\gamma'$ .
	A 700°C	De 80 h à 1000 h	Formation de phase $\delta\text{-Ni}_3\text{Mo}$ lamellaire de part et d'autre des joints situés en bout de macule.
	A 704°C	43000 h et 65600 h	Précipités $\text{M}_6\text{C}$ et $\text{M}_{23}\text{C}_6$ toujours présents.
De 800°C à 1050°C	De 800°C à 871°C	29350 h et 51850 h	Précipités $\gamma'$ présents mais en nombre plus faible et en taille plus importante qu'à plus basse température, Disparition des $\text{M}_6\text{C}$ au profit des $\text{M}_{23}\text{C}_6$ à 871°C.
	A 1000°C	De 1 h à 1000 h	Croissance des $\text{M}_{23}\text{C}_6$ intergranulaires au détriment des $\text{M}_{23}\text{C}_6$ intragranulaires, Présence d'îles et de migrations de joints de grains contenant une précipitation intragranulaire identique au reste de la matrice, Carbures $\text{M}_{23}\text{C}_6$ intergranulaires de morphologie dendritique.
	A 1050°C	300 h	Présence de $\text{M}_{12}\text{C}$ intragranulaires provenant de la transformation de $\text{M}_6\text{C}$ et $\text{M}_{23}\text{C}_6$ .

#### I.1.2.1.2. Influence de l'application d'une charge lors du vieillissement

L'ensemble des résultats présentés dans le paragraphe précédent traitait de l'évolution microstructurale de l'Inconel 617 après des vieillissements thermiques sans charge. En comparant les résultats du paragraphe précédent avec ceux obtenus par MANKINS et al. [MANKINS 84] lors de vieillissements sous charge, l'ajout d'une contrainte lors des traitements thermiques ne semble pas avoir d'influence sur la microstructure de l'Inconel 617. Il faut toutefois rester prudent car cette comparaison n'est que qualitative et ne se base que sur la description de la microstructure faite par les auteurs. De plus, la contrainte ainsi que la durée du vieillissement appliquées aux échantillons par MANKINS et al. [MANKINS 84]



varient suivant la température d'étude. Ces différences ne permettent pas de comparer les microstructures d'échantillons entre elles.

#### I.1.2.1.3. Influence de la composition chimique

Afin d'améliorer les propriétés mécaniques de l'alliage 617, plus particulièrement en fluage, sa composition chimique a été optimisée. Cette nuance appelée CCA617 (Controlled Chemistry Alloy 617) contient un maximum d'aluminium ainsi qu'un niveau contrôlé en titane et fer, tout en restant dans le domaine de composition de l'alliage 617. Ce contrôle de la chimie permet une précipitation de phase  $\gamma'$  beaucoup plus importante que dans le 617 standard, sans modifier la précipitation des autres phases ( $\text{Ti(C,N)}$ ,  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ ...) dans le domaine de température entre 700°C et 800°C.

En vieillissement thermique, le durcissement le plus important du CCA617 apparaît dans le domaine de température 700-750°C. Au-dessus de ce domaine de température, la fraction volumique de  $\gamma'$  diminue et la taille de ces précipités augmente, limitant ainsi leur influence sur les propriétés mécaniques (Figure I-7). Le domaine de température optimal pour les propriétés mécaniques de cet alliage étant plus bas que les températures de service envisagées pour l'application HTR, le CCA617 ne sera donc pas retenu pour l'étude présentée ici.

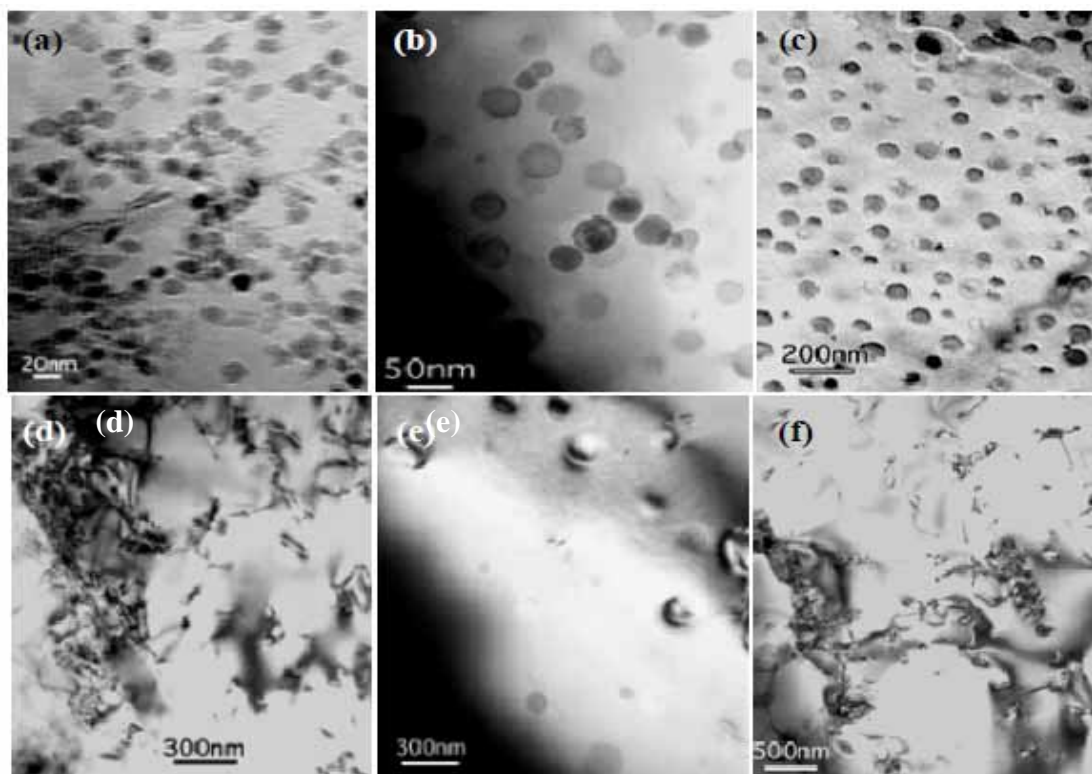


Figure I-7 : Images MET du CCA617 après vieillissements thermiques : (a) 700°C/50 h, (b) 700°C/1000 h, (c) 700°C/3000 h, (d) 800°C/50 h, (e) 800°C/1000 h, (f) 800°C/3000 h [WU 06].

#### I.1.2.2. Haynes 230

Comme pour l'Inconel 617, la littérature montre que le vieillissement thermique sans charge a de multiples conséquences sur la microstructure. Cependant, le Haynes 230 est un alliage « jeune », en comparaison de l'Inconel 617 largement utilisé pour les réacteurs expérimentaux allemands dans les années 70-80. Ainsi, très peu de sources bibliographiques traitent de l'évolution de la microstructure du Haynes 230 autres que les publications de la société fabriquant cet alliage, Haynes International. La forme initiale du matériau à l'état de

réception ainsi que les atmosphères utilisées durant les expériences par les différents auteurs sont reportées dans le Tableau I-5.

Tableau I-5 : Atmosphères d'essais utilisées dans la littérature pour des essais de vieillissement thermique sur le Haynes 230.

Auteurs	Forme initiale du matériau	Atmosphères utilisées durant les essais
WU [WU 06]	Non précisée	Hélium (quantité d'impuretés inconnue) ou air ?
TAWANCY [TAWANCY 92]	Feuille, épaisseur 1,3 mm	Air
JORDAN [JORDAN 99]	Plaque, épaisseur 16 mm	Air
KLARSTROM [KLARSTROM]	Plaque, épaisseur 16 mm	Essais supposés sous air

#### I.1.2.2.1. Revue bibliographique générale

Comme dans le cas de l'Inconel 617, pour le Haynes 230, l'inéquation de DRESHFIELD [DRESHFIELD 68] est vérifiée. Les carbures  $M_{23}C_6$  se forment donc préférentiellement par rapport aux  $M_6C$ . Pour rappel, cette inéquation porte sur l'influence des éléments réfractaires sur la formation préférentielle de carbures de type  $M_{23}C_6$  par rapport aux  $M_6C$  (cf. I.1.2.1.1).

- *De 650°C à 850°C* : Dans cet intervalle de température, des carbures de type  $M_{23}C_6$  ont précipité dans les joints de grains dès 100 h de vieillissement [KLARSTROM] et sont encore visibles après des traitements de longue durée [JORDAN 99]. Des cellules de carbures lamellaires bien définies sont observables aux joints de grains après des vieillissements à 650°C et 760°C [KLARSTROM]. L'étude de la microstructure en fonction du temps de vieillissement dans l'intervalle de température [650°C-850°C] montre que la majorité des évolutions microstructurales se sont déroulées pendant les 100 premières heures de traitement thermique.

*De 870°C à 1050°C* : Après un traitement de 1000 h à 870°C, les cellules de carbures intergranulaires bien définies à plus basses températures sont plus diffuses. Ce type de précipités a été observé en détail pour de très faibles durées de vieillissement à 925°C [TAWANCY 92]. Après un traitement de 5 min à 1 h à cette température, les carbures  $M_{23}C_6$  aux joints de grains forment tout d'abord des plaquettes au début de l'exposition puis prennent une structure lamellaire. Cette morphologie lamellaire semble due à la migration des joints de grains, laissant des précipités  $M_{23}C_6$  à l'intérieur du grain dans lequel le joint a migré (Figure I-8).

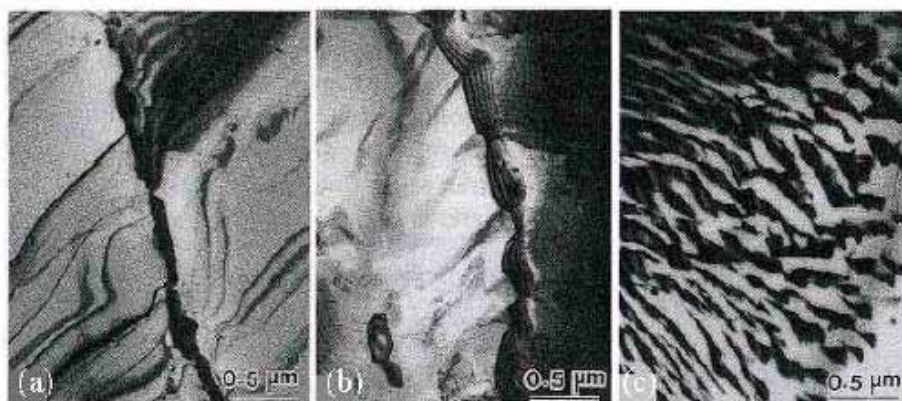


Figure I-8 : Evolution de la structure des carbures lamellaires et intergranulaires  $M_{23}C_6$  après exposition à 925°C pendant (a) 5 min, (b) 15 min, (c) 1 h, (MET) [TAWANCY 92].



L'étude de la composition de la matrice entourant les carbures montre une diminution de la concentration en Cr. Au bout de 10000 h entre 850°C et 1050°C, les carbures primaires de type  $M_6C$  prennent une morphologie plus irrégulière que celle observée à l'état de réception. Les carbures secondaires intergranulaires sont peu nombreux [JORDAN 99].

Un récapitulatif des différentes évolutions microstructurales se produisant dans le Haynes 230 après vieillissement thermique sans charge tirées de la littérature est reporté dans le Tableau I-6.

*Tableau I-6 : Tableau récapitulatif des observations tirées de la littérature sur l'évolution de la microstructure du Haynes 230 lors de vieillissements thermiques sans charge en fonction de la température et de la durée des essais [TAKAHASHI 78] [WU 06] [KIRCHHOFFER 84] [KIHARA 80] [MINO 78].*

Température		Durée de maintien en température	Observations
De 650°C à 850°C	A 650°C et 760°C	De 100 h à 10000 h	Précipitation de $M_{23}C_6$ lamellaires formant des cellules bien définies aux joints de grains.
	De 650°C à 850°C	De 100 h à 10000 h	Majorité des évolutions microstructurales effectuées pendant les 100 premières heures de vieillissement.
De 870°C à 1050°C	A 870°C	1000 h	Cellules de carbures $M_{23}C_6$ intergranulaires diffusent aux joints de grains.
	1000°C	De 1 h à 1000 h	Croissance des $M_{23}C_6$ intergranulaires au détriment des $M_{23}C_6$ intragranulaires, Présence d'îles et de migrations de joints de grains contenant une précipitation intragranulaire identique au reste de la matrice, Carbures $M_{23}C_6$ intergranulaires de morphologie dendritique.
	1050°C	300 h	Présence de $M_{12}C$ intragranulaires provenant de la transformation de $M_6C$ et $M_{23}C_6$ .

#### I.1.2.2.2. Etude de WU [WU 06] sur le Haynes 230

Il est important de signaler que WU [WU 06] est le seul à avoir apporté des résultats sur l'évolution de la microstructure après vieillissements thermiques entre 700°C et 800°C dont la durée dépasse 10000 h. Un tableau récapitulatif de ces principaux résultats sur cet alliage se trouve dans le Tableau I-7.

*Tableau I-7 : Tableau récapitulatif des observations de Wu [WU 06] sur l'évolution de la microstructure du Haynes 230 lors de vieillissements thermiques sans charge en fonction de la durée des essais entre 700°C et 800°C.*

Durée de vieillissement	Observations
1h à 10025h	Présence de MC riches en tungstène de structure hexagonale et pas de $M_6C$ riches en tungstène de structure cfc Densification du réseau de $M_{23}C_6$ aux joints de grains en augmentant la durée de vieillissement
10025h	Décomposition des MC en $M_2C$ Formation de zones pauvres en tungstène dans les MC

A l'état de réception comme après vieillissement thermique de courte durée entre 700°C et 800°C, WU [WU 06] n'identifie pas de carbures primaires de type  $M_6C$  de structure cfc, mais uniquement des carbures de composition MC et de structure hexagonale. Ces précipités sont riches en tungstène et se trouvent répartis de manière homogène dans tout le matériau. Malheureusement, WU [WU 06] ne présente aucun cliché de diffraction permettant de vérifier la structure de ces précipités en expliquant qu'il est très difficile d'observer ces carbures primaires car ils se déchaussent lors de la préparation de lames minces. Son étude montre également que les précipités riches en chrome de type  $M_{23}C_6$  sont répartis aléatoirement à l'intérieur des grains comme aux joints de grains. La majorité des carbures  $M_{23}C_6$  intergranulaires montrent une tendance à former des réseaux lorsque la durée de vieillissement augmente (essais de 1 h à 10025 h). Les autres précipités  $M_{23}C_6$  ont plutôt une morphologie lamellaire. Ceci reste en accord avec ce qui a été observé par d'autres auteurs jusqu'à 1000 h de vieillissement dans ce domaine de température.

Avec l'avancement du vieillissement, la formation et la coalescence de «nodules» se manifestent au niveau des carbures WC, plus particulièrement à 800°C (tâches sombres sur les images en BSE, Figure I-9). Ce phénomène n'est observé que pour des échantillons vieillis plus de 10000 h entre 700°C et 800°C. Ces «nodules» ont une composition riche en chrome, nickel et carbone, mais pas en tungstène. Un changement de composition chimique apparaît également au niveau des carbures WC, principalement à la périphérie de ces précipités. Ceci se manifeste en images BSE par une différence de contraste entre le cœur et la périphérie des MC montrant une concentration en éléments lourds plus importante dans la nouvelle phase que dans l'ancienne (Figure I-9 (b')).

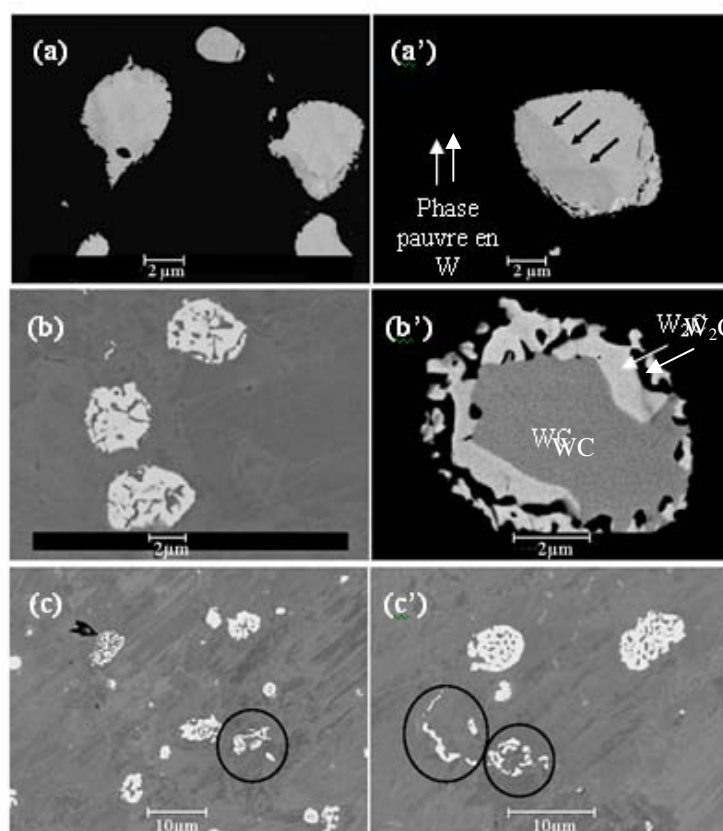
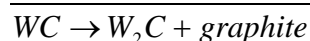


Figure I-9 : Modification de la morphologie des carbures WC après un vieillissement thermique (a) et (a') 700°C 10025 h (les flèches indiquent la limite de changement de phase), (b) et (b') 750°C 10025 h, (c) et (c') 800°C 10025 h, MEB BSE [WU 06].

WU [WU 06] interprète ce phénomène par une décomposition des carbures MC suivant l'équation :



Ce changement de structure entraîne une modification de la densité et la formation des «nodules» pauvres en tungstène présentés plus tôt. Après plus de 10000 h de vieillissement entre 700°C et 800°C, les carbures WC sont fortement morcelés et certains ont quasiment disparu (Figure I-9 (c')).

### I.1.3. Dureté

#### I.1.3.1. Inconel 617

Les expériences de KIMBALL et al. [KIMBALL 76] (vieillissements dans la gamme [593°C-816°C]) montrent que la dureté de l'Inconel 617 augmente avec le temps de traitement thermique jusqu'à 4000 h. Entre 4000 h et 8000 h, la dureté continue à augmenter entre 593°C et 648°C, décroît assez rapidement à 760°C mais plus légèrement à 816°C (Figure I-10 (a)). Pour ces auteurs, la dureté de cet alliage est fortement influencée par les précipités de phase  $\gamma'$  et 760°C est identifiée comme étant la température à laquelle la dissolution de ces précipités commence.

Le cas particulier de l'alliage CCA617 est en accord avec les conclusions précédentes [WU 06]. Pour rappel, la composition de cet alliage rentre dans les spécifications de l'Inconel 617 mais avec une quantité d'aluminium et de titane proche de la valeur maximale permettant une précipitation de phase  $\gamma'$  plus importante que dans l'alliage 617 standard. Les résultats montrent que quelle que soit la durée de vieillissement, les valeurs de microdureté du CCA617 obtenues après traitement à 700°C sont supérieures aux valeurs obtenues à 750°C, elles mêmes supérieures aux résultats obtenus à 800°C (Figure I-10 (b)). L'explication de ce phénomène se situe au niveau intragranulaire. A 700°C, les particules  $\gamma'$  sont présentes en plus grand nombre et leur taille est plus faible qu'à 750°C. Ce phénomène s'accroît encore à 800°C [WU 06]. Pour toutes les variantes de l'Inconel 617, ces résultats montrent que pour une durée de vieillissement donnée la dureté diminue en augmentant la température dans l'intervalle [700°C-816°C].

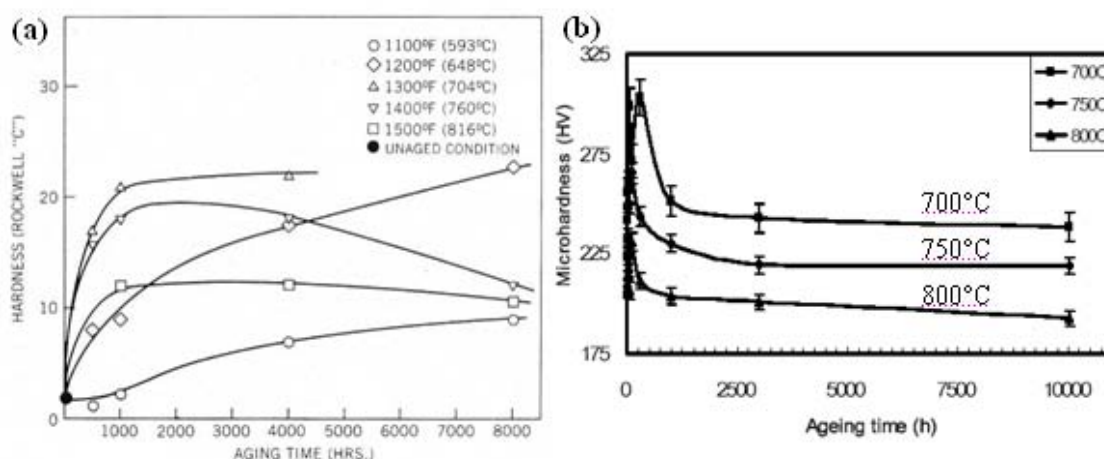


Figure I-10 : Evolution de la dureté ou de la microdureté : (a) de l'Inconel 617 en fonction de la durée de vieillissement thermique (Rockwell « C ») [KIMBALL 76], (b) du CCA617 vieilli à 700°C, 750°C et 800°C en fonction de la durée de vieillissement thermique (HV 1) [WU 06].

Pour les durées de vieillissement inférieures à 2000 h, KIMBALL et al. [KIMBALL 76] notent une augmentation continue de la dureté à partir de la valeur de l'état de réception. Cependant,

pour des températures de vieillissement quasi similaires, WU [WU 06] observe un pic de dureté important pour de courtes durées de vieillissement (300h à 700°C, 25h à 750°C et 10h à 800°C), puis une baisse rapide et enfin une stabilisation de la dureté à partir de 2000 h de vieillissement jusqu'à plus de 10000 h. Aucune explication n'est disponible dans la littérature pour expliquer cette différence. D'autres auteurs ne s'orientent pas sur la précipitation des  $\gamma'$  pour interpréter l'évolution de la dureté de l'Inconel 617, car ces précipités apparaissent en trop faible quantité dans l'alliage pour avoir une quelconque influence pour une composition standard de l'Inconel 617. Par contre, la dureté est fortement influencée par la précipitation des carbures  $M_{23}C_6$  résultant des vieillissements thermiques entre 600°C et 800°C [KIRCHHOFFER 84]. En négligeant la phase  $\gamma'$ , la composition chimique de la coulée n'interviendrait que sur la précipitation des carbures secondaires, modifiant ainsi la dureté des échantillons suivant la provenance. Il semble donc que la prédominance des carbures ou de la phase  $\gamma'$  sur la dureté ou la microdureté du 617 reste encore assez vague.

#### I.1.3.2. Haynes 230

Comme pour l'étude de l'évolution de la microstructure, la littérature traitant de l'évolution de la dureté du Haynes 230 en fonction des conditions de vieillissement thermique est assez limitée. WU [WU 06] est le seul à aborder ce sujet après vieillissement thermique à 700°C, 750°C et 800°C en fonction de la durée de traitement. Les résultats obtenus sont reportés sur la Figure I-11. Comme dans le cas du CCA617, le Haynes 230 montre un pic de dureté vers environ 300 h de vieillissement, suivi d'une stabilisation de la dureté jusqu'à plus de 10000 h de vieillissement pour des vieillissements de courte durée, environ 300h pour les trois températures, suivi par une stabilisation jusqu'à plus de 10000 h entre 700°C et 800°C. Aucune explication n'a été donnée concernant l'origine de ce pic. Cependant, contrairement à l'Inconel 617, la Figure I-11 montre que les valeurs de dureté du Haynes 230 sont quasi similaires jusqu'à 10000 h de vieillissement à 700°C, 750°C et 800°C.

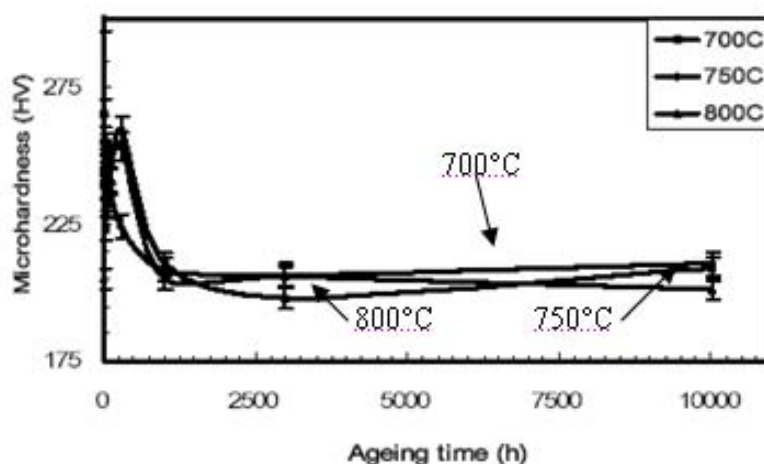


Figure I-11 : Evolution de la microdureté du Haynes 230 vieilli à 700°C, 750°C et 800°C en fonction de la durée de vieillissement thermique (HV 1) [WU 06].

## I.2. Propriétés mécaniques

### I.2.1. Fluage

#### I.2.1.1. Inconel 617

##### I.2.1.1.1. Comportement en fluage

Un grand nombre d'essais de fluage a été réalisé sur l'Inconel 617 dans le cadre du projet allemand sur les Réacteurs à Hautes Températures dans les années 80. Les résultats tirés de ces essais montrent que les courbes obtenues présentent des morphologies plus ou moins classiques avec les trois stades primaire, secondaire et tertiaire [SCHUBERT 84]. Le stade primaire est souvent très court et difficile à voir sur les courbes des essais de longues durées (Figure I-12 (a)). En terme de morphologie de courbe, certains résultats effectués à très haute température à la même époque montrent qu'en réalité, l'alliage 617 présente un minimum de vitesse de déformation dès la fin du stade primaire puis augmente jusqu'à se stabiliser voire décroître légèrement pour de faibles valeurs de déformation jusqu'au début du stade tertiaire (Figure I-12 (b)), phénomène décrit en détails [SCHNEIDER 84] ou uniquement visible sur les courbes [COOK 84] [KIHARA 80].

Au niveau microstructural, l'origine de ce minimum de vitesse de déformation provient de la précipitation des carbures secondaires suivant les lignes de glissement [SCHNEIDER 84] [QUADAKKERS 88]. Pour de plus fortes valeurs de déformation et après rupture, un phénomène de recristallisation dynamique accompagné de migration de joints de grains a pu être observé dans le cas de l'Inconel 617 [KIHARA 80] [MINO 78] [KIM 08]. La migration des nouveaux joints de grains se trouve ralentie par la présence des carbures intragranulaires limitant ainsi la vitesse de déformation [QUADAKKERS 88].

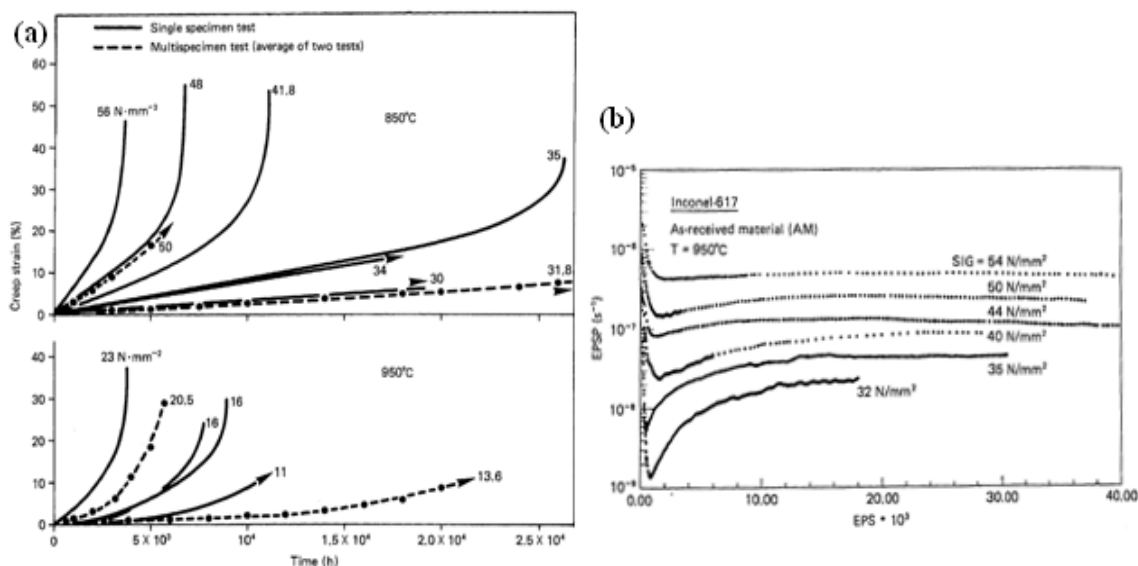


Figure I-12 : Courbes de fluage de l'Inconel 617 obtenues à 850°C et 950°C : (a) Déformation en fonction du temps [SCHUBERT 84], (b) Vitesse de déformation en fonction de la déformation [SCHNEIDER 84].

##### I.2.1.1.2. Influence de l'atmosphère

Etant donné que la plupart des études sur le fluage de l'Inconel 617 ont été effectuées dans le cadre des Réacteurs à Haute Température, l'influence de l'atmosphère au cours des essais a largement été étudiée. Plus précisément, l'atmosphère utilisée dans les RHT étant de l'hélium, divers polluants même en très faible quantité peuvent entraîner trois régimes

différents sur le matériau : oxydant, décarburant ou carburant. Le milieu oxydant de référence est bien évidemment l'air.

Afin de mesurer l'impact d'une atmosphère décarburante sur le comportement en fluage de l'Inconel 617, la majorité des études se sont portées sur la variation de la pression partielle d'oxygène dans de l'hélium pur utilisé au cours de essais. Les résultats montrent que la durée de vie de l'alliage passe par un minimum entre 10 ppm d'oxygène et l'air [HOSOI 75] (Figure I-13 (a)). Cette diminution de durée de vie s'accompagne d'une augmentation importante de la vitesse de déformation au cours de l'essai [OHNAMI 81] [SHANK 07] et au niveau microstructural d'une migration de joints de grains exacerbée [MINO 78] [KIHARA 80]. Dans la même optique, l'influence du taux de vide a été étudié et montre que les essais réalisés sous air ou sous vide poussé donnent des vitesses de déformation et des temps à rupture quasi identiques [HOSOI 75] (Figure I-13 (b)). Tous ces phénomènes montrent l'importance de la présence des carbures intra et intergranulaires sur les propriétés en fluage de l'alliage [QUADAKKERS 88].

L'étude de la carburation peut être effectuée sous atmosphère inerte (He ou Ar) contenant uniquement une faible teneur en méthane [SHANKAR 07] [QUADAKKERS 88]. La carburation importante du matériau a pour effet une augmentation importante de la durée de vie et une réduction tout aussi importante de la vitesse de déformation ainsi que de l'allongement à rupture.

Enfin, d'autres études se sont portées sur des atmosphères plus complexes constituées principalement d'hélium contenant des impuretés telles que  $H_2$ ,  $H_2O$ ,  $CO$ ,  $CH_4$ ... dans des proportions diverses représentant le gaz caloporteur circulant dans l'échangeur de chaleur. Suivant les proportions des divers polluants, l'atmosphère est soit carburante [COOK 84], soit neutre ou légèrement décarburante, dépendant de la taille des éprouvettes [SCHUBERT 84].

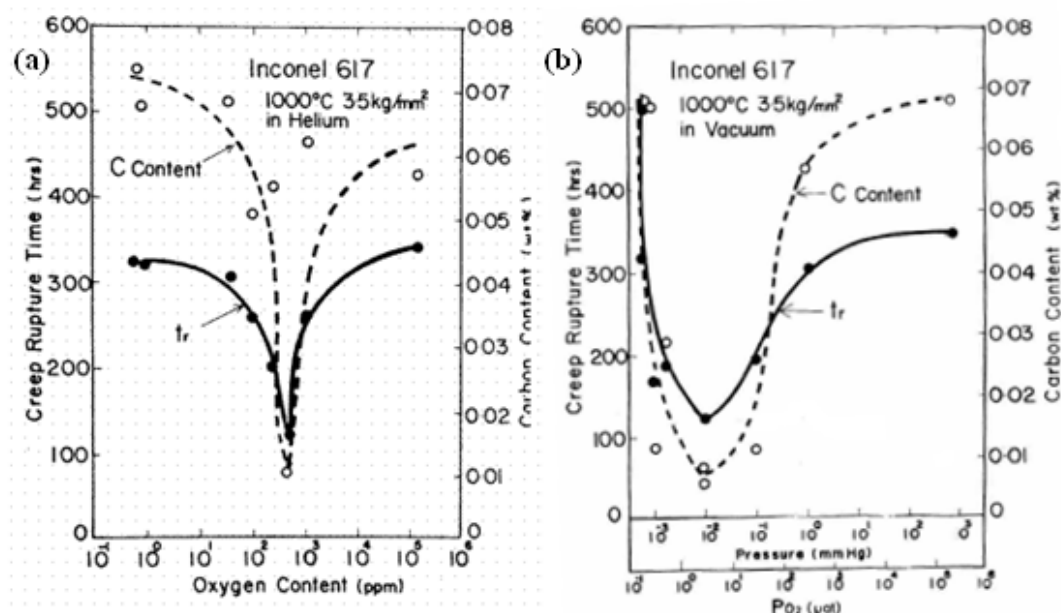


Figure I-13 : Influence de la pression partielle d'oxygène (a) et du taux de vide (b) sur la teneur en carbone et sur le temps à rupture de l'Inconel 617 après fluage à 1000°C sous 35 MPa [HOSOI 75].

#### I.2.1.1.3. Influence d'un vieillissement thermique

A la vue des différentes modifications microstructurales apparaissant durant les vieillissements thermiques à haute température dans le cas de l'Inconel 617, il est important

d'étudier l'influence du vieillissement thermique sur le comportement en fluage de cet alliage. Tout d'abord, avec l'augmentation de la durée de vieillissement à 950°C, le pic du minimum de vitesse de déformation observé en fin de stade primaire se réduit jusqu'à disparaître totalement quelle que soit la contrainte appliquée à 950°C [SCHNEIDER 84]. Pour les vieillissements de longues durées, le stade primaire prend alors une part importante de l'essai du fait d'un processus de précipitation largement avancé [QUADAKKERS 88]. Il apparaît également qu'à la même température que l'essai de fluage, plus la durée de vieillissement augmente, plus la durée de vie diminue [SUSUKIDA 77]. Ce constat n'est pas valable dans le cas d'un vieillissement à plus basse température que l'essai de fluage, la durée de vie augmentant jusqu'à 1000 h de vieillissement puis diminuant de nouveau pour de plus longues durées de vieillissement dans le cas d'un prétraitement à 850°C et d'un essai de fluage à 950°C. Ce comportement de l'alliage est dû principalement aux carbures secondaires qui coalescent et grossissent pendant le traitement thermique préalable [SUSUKIDA 77].

#### I.2.1.1.4. Influence d'une prédéformation

Les différents traitements mécaniques pouvant intervenir lors de la fabrication des composants de l'échangeur intermédiaire de chaleur ou tout autre composant peut avoir des conséquences bénéfiques ou catastrophiques sur le comportement fluage des métaux. Dans le cas de l'Inconel 617, les rares études traitant d'une prédéformation à froid montrent que ce prétraitement diminue considérablement la vitesse de déformation du matériau à 850°C dès 5% de déformation [COOK 84]. A 1000°C, seule une prédéformation de 5% permet d'augmenter la durée de vie. Au-delà, la durée de vie se réduit à mesure que la valeur de prédéformation augmente [MINO 78]. Le même comportement a été observé dans le cas d'un autre alliage base nickel, l'Hastelloy XR [KURATA 95]. Pour cet alliage, une prédéformation au-delà de 10% est très fortement déconseillée pour une utilisation à des températures avoisinant 1000°C. Un traitement de revenu de courte durée à haute température permet cependant d'augmenter la vitesse de déformation de l'Inconel 617 après prédéformation, cette augmentation s'accroissant lorsque la température de revenu augmente [CADDEN 85].

#### I.2.1.1.5. Interprétation des résultats

Afin de comprendre les phénomènes intervenant lors des essais de fluage, l'utilisation de la loi de Norton est très fréquemment utilisée :

$$\dot{\varepsilon} = K \sigma^n$$

Avec  $\dot{\varepsilon}$  la vitesse de déformation minimale,  $\sigma$  la contrainte appliquée,  $K$  une constante et  $n$  le coefficient de Norton.

Pour l'Inconel 617 à l'état de réception, le coefficient de Norton étant environ égal à 5 [SCHNEIDER 84] [SHANKAR 07], les mécanismes de déformation sont contrôlés par la montée des dislocations. Cependant, après décarburation, le coefficient de Norton passe à 3 signifiant que les mécanismes sont alors contrôlés par le glissement visqueux des dislocations.

Divers types de représentations graphiques permettent d'extrapoler les résultats obtenus en laboratoire à fortes contraintes et faibles durées de vie pour des durées beaucoup plus longues et représentatives de la durée de vie des éléments d'un RHT tel que l'IHX. La plus communément utilisée est la représentation utilisant le paramètre de Larson-Miller :

$$P_{LM} = T(C + \log(t)) \text{ [SCHUBERT 84]}$$

Avec  $T$  la température de l'essai,  $C$  un paramètre d'ajustement,  $t$  durée à 1% de déformation ou temps à rupture suivant la représentation choisie.

L'avantage de cette représentation est que tous les essais peuvent être reportés sur un même graphique quelles que soient les températures et les contraintes appliquées. Cependant, les modifications microstructurales ne sont pas prises en compte [SCHNEIDER 84].

D'autres représentations plus conventionnelles peuvent être utilisées telles que la durée à 1% de déformation [COOK 88] ou à rupture [SCHNEIDER 84] en fonction de la contrainte. Le problème est que la dispersion pour atteindre 1% de déformation rend difficile l'extrapolation pour de très longues durées. Pour la durée à rupture, cette dernière ne permet pas de donner un critère de dimensionnement pour un équipement industriel.

#### I.2.1.2. Haynes 230

##### I.2.1.2.1. Comportement en fluage

Contrairement à l'Inconel 617, l'étude du comportement mécanique du Haynes 230 à haute température dans la littérature reste encore assez réduite à l'heure actuelle. Dans les rares publications traitant du fluage, il apparaît que la mise en forme à l'état de réception joue un rôle important sur le comportement de cet alliage. En effet, les tôles fines présentent des durées de vie très inférieures à celles obtenues pour du matériau épais (plaques, tubes) [MAZIASZ 05]. Cependant, une vitesse de refroidissement élevée en fin de traitement de remise en solution permet de corriger ce problème en jouant sur la précipitation des carbures intergranulaires [TAWANCY 92]. Un refroidissement à l'air permet la précipitation de carbures lamellaires aux joints de grains. Dans ce cas, la vitesse de déformation augmente de manière continue tout au long des essais de fluage à 925°C jusqu'à la rupture et la ductilité du matériau se trouve fortement réduite (7%) (Figure I-14). Pour une forte vitesse de refroidissement (trempe à l'eau), des carbures globulaires apparaissent aux joints de grains. La morphologie des courbes de fluage à 925°C est alors plus classique avec les trois stades bien définis et une ductilité plus importante (30%). Dans le cas général, le Haynes 230 subit une trempe à l'eau en fin de traitement de remise en solution. L'alliage présente alors des courbes de fluage classiques à faibles et moyennes contraintes mais une augmentation continue de la vitesse de déformation à fortes contraintes à 800°C [SWINDEMAN 08].

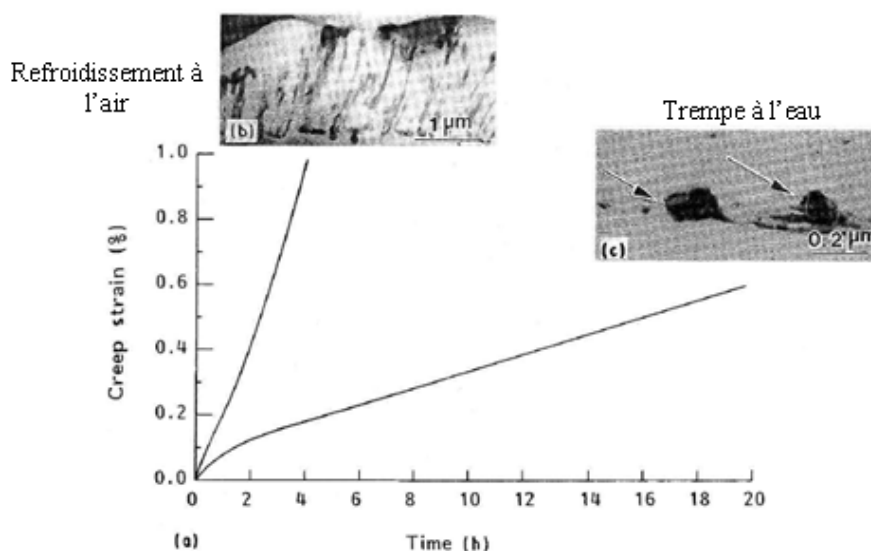


Figure I-14 : (a) Effet de la vitesse de refroidissement à partir de la température de remise en solution sur les courbes de fluage du Haynes 230 à 925°C sous 40 MPa (a) et sur la microstructure après traitement (b) et (c).

Au niveau microstructural, la densité des carbures de type  $M_{23}C_6$  augmente de manière importante lors du stade primaire. Des sous structures de consolidation sont également



observables. Elles contiennent des paires de dislocations immobiles contribuant au durcissement de la matrice. Lors du stade secondaire, les observations microstructurales montrent que différents mécanismes de déformation sont mis en jeu [TAWANCY 92].

#### I.2.1.2.2. Influence d'un vieillissement thermique

Un traitement thermique de 1500 h à 760°C et 871°C permet d'augmenter la durée de vie lors d'essais de fluage à plus haute température [KLARSTROM 00]. Cependant, aucune donnée ne permet d'évaluer l'effet d'un vieillissement thermique sur les propriétés de fluage du Haynes 230 à la température de vieillissement.

#### I.2.1.2.3. Influence d'une prédéformation

Comme pour l'Inconel 617, une prédéformation à froid suivie d'un traitement de revenu à 1040°C réduit la vitesse de déformation du Haynes 230. Cependant, l'augmentation de la température de revenu après prédéformation à froid permet d'augmenter à nouveau la vitesse de déformation [CADDEN 85]. Aucune donnée n'est disponible sur l'effet d'une prédéformation sans traitement de revenu.

#### I.2.1.2.4. Interprétation des résultats

Le Haynes 230 étant pressenti comme une alternative à l'utilisation de l'Inconel 617, seule l'étude des méthodes d'extrapolation des propriétés en fluage de cet alliage est rapportée dans la littérature, l'évaluation du coefficient de Norton en est absente. La comparaison entre l'Inconel 617 et le Haynes 230 en utilisant le paramètre de Larson-Miller montre que le premier alliage est légèrement supérieur au second matériau concernant les données à rupture mais que l'inverse se produit en s'intéressant aux données de fluage à 1% de déformation [ROTHMAN 88]. Cependant, l'étude des différents types d'extrapolation des données de fluage montre que le tracé log-log de la contrainte en fonction du temps à rupture donne des extrapolations pour de longues durées plus réalistes que celles obtenues en utilisant le paramètre de Larson-Miller, jugé trop conservatif [KATCHER 98].

### I.2.2. Traction

#### I.2.2.1. Inconel 617

##### I.2.2.1.1. Comportement en traction

Entre 20°C et 900°C, deux stades principaux sont observables sur les courbes de traction contrainte vraie / déformation vraie dans le cas de l'Inconel 617 à l'état de réception [ABD EL-AZIM 92] :

- Entre 20°C et 900°C, un stade pour lequel la contrainte augmente linéairement apparaît dès le début de la déformation plastique dans lequel les précipités primaires et la solution solide sont impliqués. Dans le cas de l'alliage 800H, le stade II est également fortement influencé par la précipitation de fins carbures riches en Cr.
- Au dessus de 700°C, un deuxième stade apparaît. Ce stade est constitué d'un plateau de déformation à contrainte constante, c'est-à-dire pour un taux de durcissement nul. La contrainte est alors appelée contrainte de saturation  $\sigma_s$  et dépend de la température et de la vitesse de déformation (Figure I-15) [ABD EL-AZIM 92] [NICKEL 86]. Ce stade correspond à un équilibre entre des processus de durcissement et de restauration dynamique. L'approximation du comportement en traction par l'extension des données récoltées en fluage donne d'assez bons résultats [NICKEL 86].

Pour des vitesses de déformation faibles et des températures élevées, une chute rapide de la contrainte à partir de la limite élastique est observée (yield) pour atteindre la valeur de la

contrainte de saturation [NICKEL 86]. Concernant la limite élastique, les résultats obtenus entre 500°C et 871°C sur l'Inconel 617 à l'état de réception montrent que dans la majorité des cas, sa valeur est indépendante de la température et de la vitesse de déformation. Cette stabilité a pour origine l'effet combiné des carbures secondaires de type  $M_{23}C_6$  et de la solution solide [MANKINS 84]. Pour des températures supérieures, la limite élastique diminue avec la température et la vitesse de déformation [NICKEL 86] [BREITLING 88]. A haute température, l'allongement à rupture augmente avec l'augmentation de température à vitesse de déformation fixe et avec l'augmentation de la vitesse de déformation à température fixe.

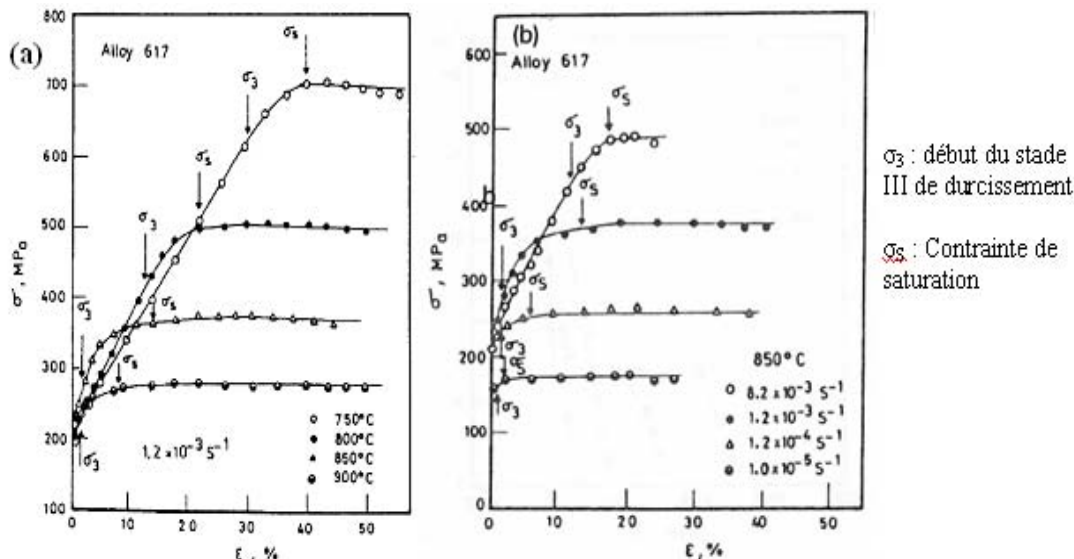


Figure I-15 : Influence de la température (a) et de la vitesse de déformation (b) sur les stades III et IV de traction lors d'essais réalisés sur l'Inconel 617 à l'état de réception [ABD EL-AZIM 92].

#### I.2.2.1.2. Instabilités de type Portevin-Le Chatelier

A haute température, des instabilités de type Portevin-Le Chatelier ont pu être observées sur les courbes de traction de l'Inconel 617 à l'état de réception. L'origine de ces instabilités est due à l'interaction entre les solutés et les dislocations [RAHMAN 09].

#### I.2.2.1.3. Influence d'un vieillissement thermique

##### • Traction à température ambiante

Suivant la durée, un vieillissement thermique préliminaire dans la gamme de température [650°C-1000°C] entraîne un certain nombre de modifications des propriétés en traction de l'Inconel 617 à température ambiante [MANKINS 84] [DONNELLY 84] [SUSUKIDA 77]. Ces modifications sont résumées sur la Figure I-16.

- Entre 650°C à 700°C : La majeure partie de l'augmentation de la limite élastique et de la contrainte maximale s'effectue pendant les cinquante premières heures de vieillissement. Cette augmentation continue ensuite plus lentement en augmentant la durée du vieillissement jusqu'à 6000 h.
- 750°C : La limite élastique et la contrainte maximale augmentent jusqu'à 50 h de traitement thermique puis se stabilisent pour de plus longues durées de vieillissement.
- Entre 800°C et 1000°C : De manière générale, la limite élastique et la contrainte maximale augmentent légèrement jusqu'à 50 h de vieillissement, stagnent entre 50 h et 1000 h, pour ensuite diminuer jusqu'à 6000 h et retrouver environ les valeurs de l'état

de réception. Enfin, plus la température de vieillissement augmente, plus les écarts se réduisent dans cette gamme de température.

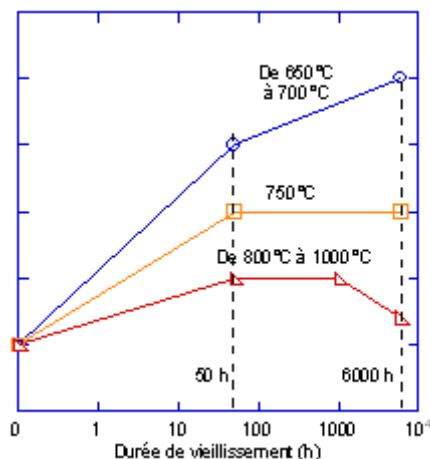


Figure I-16 : Résumé de l'évolution de la limite élastique et de la contrainte maximale lors des essais de traction effectués sur l'Inconel 617 en fonction de la durée de vieillissement et suivant la température de vieillissement.

Le point important à noter est que la ductilité comme la striction sont fortement réduites dès 1000 h de vieillissement quelle que soit la température de vieillissement [MANKINS 84]. Pour de plus longues durées, l'allongement à rupture continue de décroître aux plus faibles températures et se stabilisent aux plus hautes [DONNELLY 84]. Ce phénomène a pour origine la modification de la morphologie et de la taille des carbures intergranulaires [SUSUKIDA 77].

- *Traction à la température de vieillissement*

Un vieillissement de longue durée entraîne un durcissement du matériau entre 500°C et 800°C. Entre 800°C et 900°C, aucune modification de limite élastique et de contrainte à rupture n'est observée [BREITLING 88] alors qu'à plus hautes températures, seule une faible diminution de ces données est observée [SUSUKIDA 77]. Contrairement aux essais à température ambiante, le vieillissement préalable n'entraîne qu'une faible diminution de la ductilité.

#### I.2.2.2. Haynes 230

##### I.2.2.2.1. Comportement en traction

A haute température, la présence d'un pic de contrainte suivi d'un palier à contrainte constante sur les courbes de traction montrent la formation et le déplacement de bandes de Piobert-Lüders (Figure I-17).

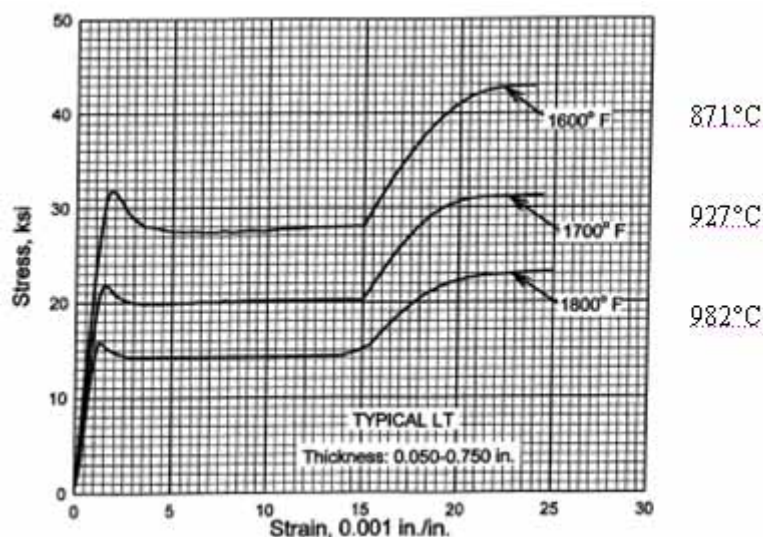


Figure I-17 : Présence de bandes de Portevin-Lüders lors des essais de traction à hautes températures réalisés sur du Haynes 230 à l'état de réception (tôles minces et plaques).

#### I.2.2.2.2. Influence d'un vieillissement thermique

Comme dans le cas de l'Inconel 617, les propriétés en traction du Haynes 230 à température ambiante sont modifiées par un vieillissement thermique préalable. Ces modifications varient suivant la température et la durée de vieillissement [JORDAN 99] [KLARSTROM] :

- 650°C : Augmentation continue de la limite élastique et de la contrainte maximale jusqu'à 16000 h de vieillissement.
- Entre 760°C et 871°C : Diminution de la limite élastique jusqu'à 4000h puis augmentation jusqu'à 16000 h de vieillissement ; augmentation continue de la contrainte maximale jusqu'à 16000 h.

Cependant les variations de limite élastique sont faibles et peuvent être considérées comme négligeables [KLARSTROM 00]. Comme pour l'Inconel 617, la ductilité du Haynes 230 se trouve fortement réduite dès de faibles durées de vieillissement (1 h) puis se stabilise [VECCHIO 95]. Un traitement de remise en solution de 30 min à 1177°C suffit pour que l'allongement à rupture revienne à un niveau équivalent à l'état de réception [KLARSTROM 00].

### I.2.3. Fatigue et fatigue relaxation

#### I.2.3.1. Inconel 617

##### I.2.3.1.1. Fatigue

Les essais de fatigue à déformation imposée les plus couramment utilisés sur les matériaux susceptibles d'être employés dans la conception de l'échangeur intermédiaire de chaleur IHX sont de type LCF (Low Cycle Fatigue). Une description complète de ce type d'essai sera présentée dans le paragraphe II.2.5.1. Tout d'abord, des instabilités de type Portevin-Le Chatelier, déjà rencontrées lors des essais de traction [RAHMAN 09], sont également observées lors des essais de fatigue [RAO 88] (Figure I-18 (a)). Ces instabilités peuvent entraîner des problèmes de contrôle des essais (cf. II.2.5.3). La majorité des essais de fatigue sont réalisés à  $R = -1$ , c'est-à-dire que l'amplitude totale de déformation imposée au cours des essais est constituée pour moitié d'une déformation en traction et pour l'autre moitié en compression. Ainsi, quelles que soient les conditions d'essai, l'évolution de la contrainte

maximale (traction) et minimale (compression) en fonction du nombre de cycles lors des essais de fatigue pure sur cet alliage donne en règle générale des courbes symétriques avant la fissuration de l'éprouvette. Pour chaque condition d'essai, l'étude de la contrainte maximale suffit donc à décrire le comportement du matériau. Dans la majorité des alliages métalliques, trois paramètres importants peuvent agir sur la morphologie de la courbe des contraintes maximales et sur la durée de vie (nombre de cycles à rupture) : la température de l'essai, la déformation totale et la vitesse de déformation imposée. Dans le cas de l'Inconel 617 à une valeur de déformation totale standard (0,3%) [RAO 88], la température de l'essai ainsi que la vitesse de déformation produisent les effets suivants :

- Une augmentation forte de la contrainte maximale est observée en début d'essai à 750°C, suivie d'une diminution continue et faible jusqu'à la fissuration (faible vitesse de déformation, Figure I-18 (b)).
- Pour les fortes vitesses de déformation à 850°C, la contrainte maximale augmente puis se stabilise à une valeur de contrainte augmentant avec la valeur de vitesse de déformation imposée pour enfin décroître du fait de la fissuration. Pour de faibles vitesses de déformation, l'évolution de la contrainte maximale tend vers une décroissance rapide en début d'essai puis l'adoucissement devient beaucoup plus lent jusqu'à la fissuration.
- Ce comportement est également observé à 950°C pour de faibles vitesses de déformation mais à des niveaux de contrainte beaucoup plus faibles (Figure I-18 (b)). Un palier à contrainte constante remplace la faible décroissance pour des vitesses élevées [TOTEMEIER 07].

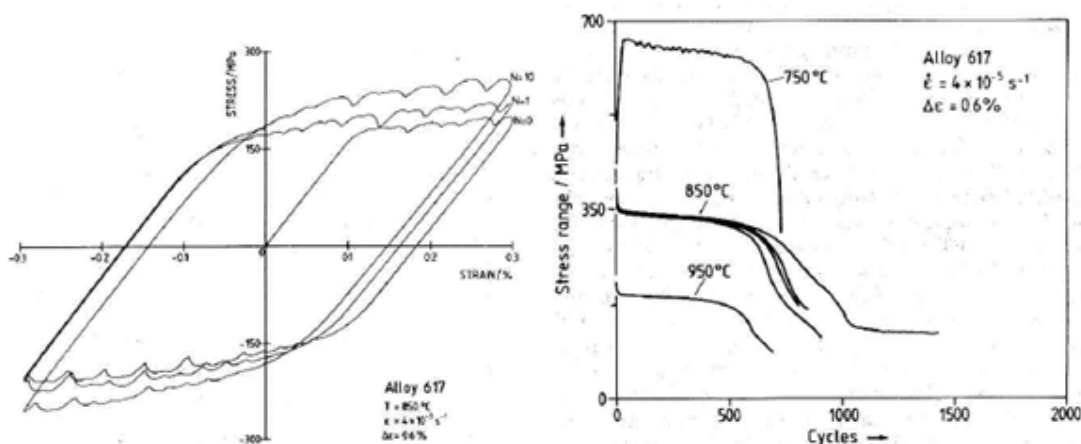


Figure I-18 : Instabilités rencontrées lors des essais de fluage (a) et effet de la température sur l'évolution de la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles (b) [RAO 88].

A haute température, le comportement de l'alliage 617 lors de ce type d'essai est fortement influencé par le fluage, accentué lorsque la vitesse de déformation imposée est faible [NICKEL 84] [SCHUBERT-2 84]. De plus, plus l'amplitude de déformation appliquée est élevée, moins la température a d'effet sur le nombre de cycles à rupture au dessus de 700°C [MEURER 81] [MERCKLING 91].

#### I.2.3.1.2. Influence de l'atmosphère

L'atmosphère utilisée durant les essais constitue également un autre paramètre important sur la durée de vie du matériau. En effet, les essais de fatigue pure réalisés sous vide [TOTEMEIER 07] ou sous hélium impur (atmosphère légèrement oxydante en règle générale) [STRIZAK 81] [NICKEL 89] montrent un nombre de cycles à rupture légèrement plus

important que sous air à haute température. L'écart se réduit en augmentant l'amplitude de déformation totale [MEURER 81]. Cette réduction de durée de vie est à mettre en relation avec l'initiation de la fissuration en surface des éprouvettes. Pour les essais réalisés à des températures intermédiaires (jusqu'à 750°C environ) quelle que soit la déformation imposée [BURKE 84] ou à plus haute température pour de fortes amplitudes de déformation [MERCKLING 91] ou des vitesses de déformation importantes [RAO-2 88], le mode d'initiation ainsi que la propagation des fissures sont toujours transgranulaires. Les autres conditions d'essai (essais de plus longues durées) mènent à une initiation de fissures intergranulaires mais à une propagation transgranulaire. Dans ces conditions d'essai sous atmosphère oxydante, l'oxydation intergranulaire a le temps de se produire conduisant à la fragilisation les joints de grains qui deviennent les zones d'amorce des fissures en surface [MUNICH 90]. Plus la durée de l'essai augmente (diminution de l'amplitude totale de déformation à température et vitesse de déformation fixes par exemple [BURKE 84]), plus le nombre de fissures en surface des éprouvettes est important.

#### I.2.3.1.3. Fatigue relaxation

Afin d'évaluer l'influence de la relaxation sur le comportement des matériaux lors des essais de fatigue, des paliers de relaxation peuvent être imposés. Trois types d'essais sont possibles :

- Maintien à la valeur de déformation maximale en traction uniquement,
- Maintien à la valeur de déformation minimale en compression uniquement,
- Maintien à la valeur de déformation maximale en traction et à la valeur de déformation minimale en compression de manière symétrique.

A haute température pour des valeurs de déformation totale standard, les essais avec maintien en traction uniquement donnent la plus grande réduction du nombre de cycles à rupture par rapport à des essais de fatigue pure [MEURER 84]. Viennent ensuite les essais avec maintien en compression avec une faible réduction de durée de vie puis les essais de relaxation symétriques, équivalents à des essais de fatigue pure [BREITLING 88]. La réduction du nombre de cycles à rupture avec les essais de fatigue est visible pour des durées de relaxation très faibles et s'accroît avec l'augmentation de la durée de maintien [RAO-2 88]. Pour des valeurs de déformations totales élevées, la réduction de durée de vie lors des essais avec relaxation en traction est plus limitée [TOTEMEIER 07]. Quel que soit le type d'essai, la chute de contrainte se fait très rapidement pendant le palier de relaxation (chute de 50% en 1 s à 950°C) [RAO-2 88] (Figure I-19).

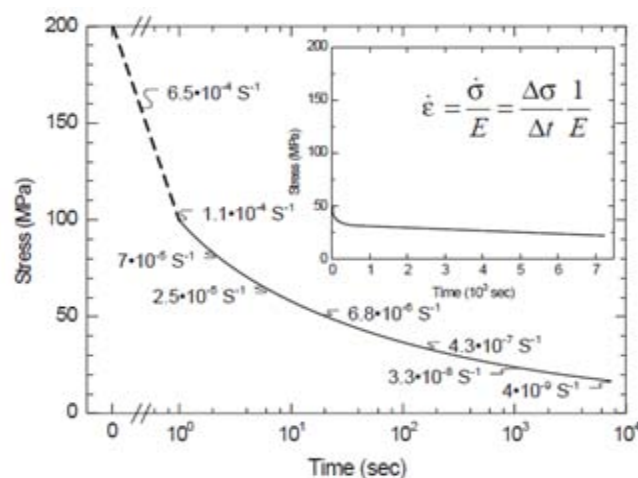


Figure I-19 : Evolution de la contrainte en fonction du temps lors d'un palier de relaxation de 120 min en milieu d'essai de fatigue relaxation à 950°C [RAO-2 88].

Quelle que soient la température d'essai et la durée de maintien lors des essais de relaxation, les fissures s'initient aux joints de grains en surface des éprouvettes [TOTEMEIER-2 07]. Plus la durée de relaxation en traction uniquement augmente, plus la propagation des fissures devient intergranulaire [GOSWAMI 99]. Cependant, aucun effet de l'environnement entre air et vide n'est visible pour 60 s de maintien en traction (1000°C, [TOTEMEIER 07]).

#### I.2.3.2. Haynes 230

##### I.2.3.2.1. Fatigue

Comme pour l'Inconel 617, des instabilités apparaissent rendant le contrôle en déformation difficile lors des essais de fatigue pure sur le Haynes 230. Des bruits de craquement sont audibles provenant de la réponse de la traverse au signal de l'extensomètre [VECCHIO 95]. Concernant les courbes d'évolution de la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles [LU 05], l'augmentation de la température d'essai entre 427°C et 816°C produit une réduction de la durée de vie pour une amplitude de déformation totale donnée. Entre 816°C et 927°C, le nombre de cycles à rupture reste constant. Dans ce dernier domaine de température, les courbes d'évolution de la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles présentent une phase de durcissement avec un maximum dont la valeur augmente avec l'amplitude de déformation totale imposée durant l'essai. Une phase d'adoucissement pour les fortes valeurs de déformation totale et un palier pour les plus faibles suivent ce maximum jusqu'au début de formation des macrofissures. Entre 760°C et 871°C, l'initiation comme la propagation des fissures se fait en mode transgranulaire suivant les carbures primaires de type  $M_6C$  pouvant provoquer la déviation de la fissure si les carbures ne sont pas cisailés et la formation de fissures secondaires en cas de rupture de ces précipités [LU 05]. A plus haute température, l'initiation se fait aux joints de grains du fait de la présence de carbures nombreux mais aussi de la couche d'oxyde plus épaisse provoquant la formation de nombreuses fissures secondaires [VECCHIO 95].

En comparant les données de fatigue pure dans des conditions identiques, le nombre de cycles à rupture de l'Inconel 617 est plus faible que celui du Haynes 230 [FLOWER]. L'origine de cette différence provient de la taille de grain de l'alliage 617 beaucoup plus importante que celle du 230 ainsi que de la susceptibilité de l'Inconel 617 à l'oxydation interne (oxydation intergranulaire) très réduite pour l'autre alliage.

##### I.2.3.2.2. Fatigue relaxation

Comme pour l'Inconel 617, l'application d'un maintien à la déformation maximale en traction ou en compression uniquement a pour effet de réduire le nombre de cycles à rupture du Haynes 230. L'effet est plus important avec un maintien en traction du fait de la formation de cavités de fluage qui interagissent avec les fissures de fatigues. Lors d'essais avec un maintien symétrique en traction et compression, les cavités de fluage formées lors des phases de relaxation en traction se referment lors des relaxations en traction, minimisant fortement la réduction de durée de vie par rapport aux essais de fatigue pure [LU 05]. L'augmentation de la durée de maintien réduit le nombre de cycles à rupture [CHEN 02]. Au niveau de l'endommagement, l'augmentation de la durée de maintien provoque la modification de l'initiation et la propagation des fissures lors des essais avec relaxation en traction uniquement. Jusqu'à 816°C, l'initiation et la propagation de la fissuration passent de transgranulaire en fatigue pure à mixte trans et intergranulaire pour les faibles durées de maintien (inférieures à 2 min), montrant l'interaction entre la fatigue et le fluage. Pour de plus fortes durées, l'initiation et la propagation se font en mode intergranulaire et mixte respectivement (influence du fluage plus importante). A 927°C, la fissuration intergranulaire prédomine en fatigue pure comme en fatigue relaxation en traction [LU 05].

## Chapitre II

### *Matériaux et techniques expérimentales*



## ***Sommaire du chapitre***

<b>II.1. Matériaux.....</b>	<b>37</b>
II.1.1. Inconel 617.....	37
II.1.2. Haynes 230.....	38
<b>II.2. Techniques expérimentales.....</b>	<b>39</b>
II.2.1. Vieillissements thermiques sans charge.....	39
II.2.2. Traction .....	39
II.2.3. Fluage.....	40
II.2.3.1. Essais sous air.....	40
II.2.3.2. Essais sous vide.....	41
II.2.4. Vieillissement sous charge .....	43
II.2.4.1. Objectif.....	43
II.2.4.2. Conditions .....	43
II.2.4.3. Difficultés de réalisation .....	43
II.2.4.4. Montage.....	43
II.2.5. Fatigue et fatigue relaxation.....	44
II.2.5.1. Essais de fatigue et fatigue relaxation .....	44
II.2.5.2. Description des machines hydrauliques et des systèmes de mesure .....	45
II.2.5.3. Logiciels de contrôle et d'acquisition .....	48
II.2.5.4. Traitement des données de fatigue et fatigue relaxation .....	49
II.2.5.5. Conditions d'essai .....	49
<b>II.3. Techniques d'analyse .....</b>	<b>50</b>
II.3.1. Préparation des échantillons pour les études microstructurales .....	50
II.3.2. Microscopie.....	50
II.3.2.1. Microscopie optique.....	50
II.3.2.2. Microscopie électronique à balayage .....	50
II.3.2.3. Microscopie électronique en transmission .....	50
II.3.3. Dureté.....	50
II.3.4. Analyse thermique différentielle (ATD).....	51
II.3.4.1. Principe.....	51
II.3.4.2. Montage.....	51
II.3.4.3. Signal.....	51
II.3.4.4. Avantages et inconvénients .....	52

## II.1. Matériaux

### II.1.1. Inconel 617

L’Inconel 617 est un alliage Ni-Cr-Co-Mo en solution solide ayant une bonne tenue en corrosion, d’excellentes propriétés mécaniques à haute température, ainsi qu’une très bonne résistance à l’oxydation. Les résultats présentés dans cette thèse portent sur trois barres différentes :

- une barre Ø 50 mm (coulée DLH6003) fournie par EDF pour le projet RCGMA. (composition chimique dans le Tableau II-1) ;
- deux barres Ø 25,4 mm et Ø 16 mm issues d’une même coulée (coulée HLT4211) (composition chimique dans le Tableau II-2).

*Tableau II-1 : Composition chimique de la barre d’Inconel 617 Ø 50 mm en % massique moyenne sur la longueur de la barre (Special Metals).*

Ni	Cr	Co	Mo	C	Ti	Al	Si	Mn	Fe	Cu
55,42	21,33	12,15	9,21	0,059	0,41	0,92	0,09	0,12	0,28	0,01

*Tableau II-2 : Composition chimique des barres d’Inconel 617 Ø 25,4 mm et Ø 16 mm en % massique moyen sur la longueur de la barre (Special Metals).*

Ni	Cr	Co	Mo	C	Ti	Al	Si	Mn	Fe	Cu
55,35	21,49	12,00	9,23	0,060	0,36	0,95	0,12	0,06	1,24	0,06

Les barres en Inconel 617 sont obtenues par forgeage à chaud. Elles subissent ensuite un traitement thermique de mise en solution suivi d’une trempe à l’air en fin de cycle de production. Cette mise en solution s’effectue par un maintien vers 1175°C dont la durée varie suivant le diamètre final de la barre : 19 minutes pour une barre de diamètre 16 mm, 36 minutes pour une barre Ø 25,4 mm et enfin 63 minutes pour une barre Ø 50 mm (données des certificats de réception de Special Metals).

La barre Ø 50 mm fut la première utilisée dans le cadre du projet sur l’étude des matériaux d’IHX. Elle fut acquise par EDF auprès de Special Metals et répartie entre les différents partenaires. En 2006, cette barre étant pratiquement épuisée, les deux autres barres en Inconel 617 furent commandées. Les diamètres de 16 mm et 25,4 mm ont été choisis pour deux raisons :

- ➔ afin d’optimiser la quantité de matière utilisée lors de la réalisation des éprouvettes utilisées pour les essais mécaniques
- ➔ afin d’avoir la même microstructure pour toutes les éprouvettes, la section utile étant située au cœur des barres contrairement aux éprouvettes de la barre Ø 50 mm pouvant être prélevées au cœur comme à la périphérie.

Les barres ont été utilisées de la manière suivante :

- La barre Ø 50 mm a servi pour l’étude de l’évolution de la microstructure après vieillissements thermiques et pour des essais de fluage et traction à l’état de réception, après vieillissements thermiques et prédéformation à température ambiante (fluage uniquement).

- La barre de Ø 25,4 mm a servi pour des essais de traction à l'état de réception, après vieillissements thermiques avec ou sans charge et pour des essais de fatigue et fatigue relaxation à l'état de réception.
- La barre de Ø 16 mm a servi pour des essais de fluage à l'état de réception, après vieillissements thermiques avec ou sans charge.

### II.1.2. Haynes 230

Le Haynes 230 est un alliage Ni-Cr-W-Mo en solution solide ayant une excellente résistance à l'oxydation à haute température (jusqu'à 1150°C), d'excellentes propriétés mécaniques dans ce domaine de température, ainsi qu'une très bonne stabilité thermique. Les résultats présentés dans cette thèse portent sur du matériau fourni par Haynes International sous différents lots :

- lot n°1 : une plaque d'épaisseur 9,52 mm (coulée n°8305-7-7850),
- lot n°2 : trois barres de diamètre 38,1 mm, 31,75 mm et 19,05 mm issues d'une première coulée (coulée n°8305-1-7898),
- lot n°3 : une autre barre de diamètre 38,1 mm issue d'une deuxième coulée (coulée n°8305-5-7762),
- lot n°4 : une barre de diamètre 19,05 mm issue d'une dernière coulée (coulée n°8305-1-7833).

La composition chimique nominale du Haynes 230 est reportée dans le Tableau II-3. La composition de chaque coulée utilisée pour la thèse est reportée en Annexe 1.

Tableau II-3 : Composition chimique nominale du Haynes 230 en % massique (<sup>a</sup> as balance, <sup>\*</sup> maximum) [HAYNES 230].

Ni	Cr	Co	W	Mo	C	Al	Si	Mn	Fe	B	La
57 <sup>a</sup>	22	5 <sup>*</sup>	14	2	0,10	0,3	0,4	0,5	3 <sup>*</sup>	0,015 <sup>*</sup>	0,02

Les barres en Haynes 230 sont obtenues par forgeage à chaud tout comme les plaques (laminage à chaud). Elles subissent ensuite un traitement thermique de dissolution suivi d'une trempe à l'eau en fin de cycle de production. Cette mise en solution s'effectue vers 1230°C. La durée de maintien varie suivant le diamètre final de la barre : 30 minutes pour une barre de diamètre 16 mm ou 19,05 mm, 45 minutes pour une barre Ø 31,75 mm et enfin 60 minutes pour une barre Ø 38,1 mm (données des certificats de réception de Haynes International). Aucune donnée sur la durée du traitement de mise en solution de la plaque d'épaisseur 9,52 mm n'a été donnée par le fournisseur.

Toutes les fournitures en Haynes 230 ont été utilisées uniquement par le CEA de Grenoble. La plaque fut la première utilisée dans le cadre de la thèse car cette mise en forme se rapprochait le plus de celle utilisée pour fabriquer des tubes de jonction entre l'échangeur de chaleur IHX et le cœur du réacteur. Cette plaque ne permettant pas la réalisation d'éprouvettes de fatigue et par souci d'homogénéité de mise en forme par rapport à l'Inconel 617, le lot de barres n°2 fut alors commandé. Les deux derniers lots furent acquis après épuisement des barres du lot n°2. Comme pour le 617, le diamètre des barres a été choisi en fonction de l'utilisation pour minimiser la perte de matière au cours des étapes d'usinage.

Les diverses fournitures de Haynes 230 ont été utilisées de la manière suivante :

- La plaque du premier lot a servi pour des essais de fluage à l'état de réception.

- Les barres du lot n°2 ont servi pour l'étude de l'évolution de la microstructure après vieillissements thermiques, pour des essais de fluage à l'état de réception et après vieillissements thermiques et pour des essais de fatigue et fatigue relaxation à l'état de réception.
- La barre du lot n°3 a été utilisée uniquement pour réaliser les essais de vieillissement sous charge.
- La barre du dernier lot a servi pour des essais de fluage à 850°C à l'état de réception et après prédéformation à température ambiante.

## II.2. Techniques expérimentales

### II.2.1. Vieillissements thermiques sans charge

Les vieillissements thermiques sans charge de longues durées ont été effectués soit dans les fours sous air Pyrox 1150°C pour les traitements de 1000 h réalisés avant essais mécaniques, soit dans un four Pyrox 1150°C sous argon pour les études microstructurales après vieillissements thermiques de 1000 h et 5000 h. Pour tous les vieillissements de longues durées, les échantillons ont été placés avant chauffe dans le four. La montée en température a été fixée à 10°C.min<sup>-1</sup> et le refroidissement s'est fait dans le four.

Les vieillissements thermiques sans charge de courtes durées de 1 h à 100 h ont été réalisés dans les fours sous air décrits au-dessus. Afin de limiter l'influence de la montée en température, les échantillons ont été placés dans les enceintes après que la température se soit stabilisée. Pour étudier l'influence de la vitesse de refroidissement sur la microstructure des alliages, un échantillon a été trempé à l'eau, un autre trempé à l'air et enfin un dernier a été refroidi dans le four pour chaque durée de vieillissement.

### II.2.2. Traction

Les essais de traction ont été réalisés sur deux machines électromécaniques : une machine ADAMEL DY36 pour les essais à température ambiante et une machine MTS M20 pour les essais en température. La machine M20 est équipée d'un four résistif AET 1400°C. La cellule de force utilisée a une capacité de 20 kN et le pilotage de la traverse est effectué par le logiciel TestWorks de MTS.

Les ébauches des éprouvettes de diamètre 8 mm ou de 13 mm suivant le type d'éprouvette ont été prélevées par carottage au fil dans les barres à l'état de réception ou après divers traitements thermomécaniques. Elles sont ensuite usinées suivant le plan en Annexe 2 afin d'obtenir des éprouvettes à têtes filetées M7 (longueur utile LU 20 ou 30 mm suivant la disponibilité matière, Ø utile 4 mm) ou M12 (LU 30 mm, Ø utile 5 mm). L'allongement durant l'essai est mesuré à l'aide de deux extensomètres MTS de type « Clip on » suivant le diamètre de la partie utile à température ambiante et d'un extensomètre MTS à tiges en alumine plaquées sur la partie utile de l'éprouvette à l'aide de ressorts pour les essais en température.

Les essais ont été menés à 20°C (température ambiante), 850°C et 950°C en pilotant sur la vitesse de déplacement de la traverse. Cette vitesse est fixée à 0,6 mm.min<sup>-1</sup> en condition normale, soit une vitesse de déformation de 5.10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup> sur la partie utile des éprouvettes. A haute température, un maintien d'1 h est effectué avant essai pour garantir une bonne homogénéité thermique. Afin d'analyser l'influence de la vitesse de déformation sur les matériaux, des essais ont également été réalisés pour une vitesse de déformation de 5.10<sup>-3</sup>s<sup>-1</sup>.

### II.2.3. Fluage

#### II.2.3.1. Essais sous air

Les essais de fluage sous air sont réalisés à force constante (charge morte) sur des machines MAYES d'une capacité de 20 kN ou 30 kN et équipées de fours résistifs 1000°C (Figure II-1). La salle dans laquelle les machines sont placées est climatisée à  $\pm 1^\circ\text{C}$  pour éviter toute perturbation du signal par d'éventuelles variations de température.

Les essais ont été réalisés à 850°C pour des contraintes comprises entre 30 et 80 MPa et à 950°C entre 20 et 35 MPa avec pour chaque essai un gradient de température de  $\pm 3^\circ\text{C}$  maximum, marge d'erreur des thermocouples utilisés.



Figure II-1 : Machines de fluage MAYES de 20 kN ou 30 kN équipées de fours résistifs 1000°C.

Suivant le type de mors utilisé, la forme des éprouvettes de fluage varie (Annexe 2). La tête d'éprouvette peut être soit filetée en M12 ou M12x100 pour les mors à pas de vis, soit cylindrique pour les demi-coquilles. Cependant, le diamètre de la partie utile ainsi que la longueur utile LU sont identiques quelle que soit l'éprouvette ( $\varnothing$  5 mm, LU 30 mm). Pour la plaque de Haynes 230, des éprouvettes plates ont été utilisées pour les essais sous vide.

Durant l'essai, le contrôle de température est réalisé à l'aide de trois thermocouples ligaturés et placés en contact de la partie utile de l'éprouvette (Figure II-2(a)). La mise en température est réalisée avec une précharge d'environ 10 N afin de tendre la ligne de charge, ce qui correspond à une contrainte de 5 MPa (bras de levier de 10 afin de réduire la charge à placer). Une fois la température de consigne atteinte, le four est stabilisé pendant une heure puis la mise en charge est effectuée manuellement, rapidement et sans à-coup pendant 20 s à 30 s

suivant la charge à appliquer. L'allongement de l'éprouvette est mesuré par un capteur LVDT unique ou par la moyenne de deux capteurs LVDT placés en partie froide et reliés à la partie utile de l'éprouvette par un système de tringlerie rigide fixé sur les collerettes (Figure II-2(b)). La course des capteurs LVDT est de  $\pm 10$  mm avec une précision de  $0,3 \mu\text{m}$ . Le signal de déformation ainsi que la température sont enregistrés sur un PC et sur une table traçante.

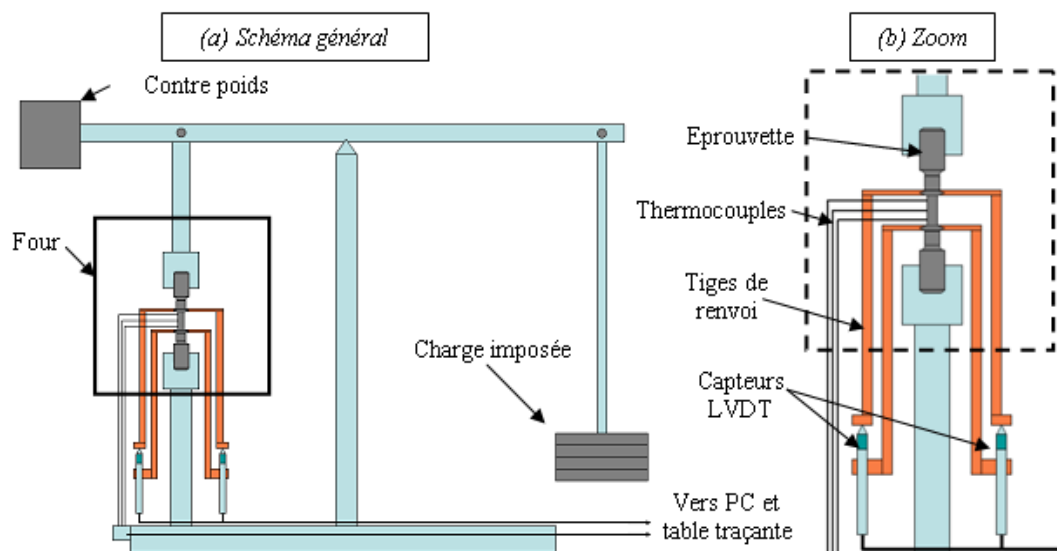


Figure II-2 : Schéma d'une machine de fluage sous air : (a) schéma général, (b) zoom sur la partie placée dans le four.

#### II.2.3.2. Essais sous vide

Les essais de fluage sous vide sont réalisés à force constante (charge morte) sur trois machines d'une capacité 2 kN pourvues d'une enceinte étanche pour vide secondaire : deux machines identiques VAS et VMDI équipées d'un four résistif  $1300^{\circ}\text{C}$  (Figure II-3) et une troisième machine LPA équipée d'un four résistif  $1600^{\circ}\text{C}$  (Figure II-4). Contrairement aux machines sous air, la charge est directement imposée sur l'éprouvette. Pour l'étanchéité du tirant inférieur mobile, les machines VAS et LPA sont équipées d'un double soufflet alors que la machine VMDI est équipée d'un soufflet simple. La charge à imposer sur l'éprouvette doit donc correspondre à la contrainte à appliquer à laquelle il faut ajouter la compensation du vide et soustraire la raideur du ou des soufflets. Les machines étant situées dans la même salle que les machines sous air, les perturbations du signal par des variations de température sont atténuées par la climatisation.

Suivant la contrainte à imposer et la disponibilité matière, le diamètre et la longueur utile LU des éprouvettes de fluage sous vide peuvent varier :  $\varnothing 5\text{mm}$  LU 20 mm,  $\varnothing 6\text{mm}$  LU 25 mm et  $\varnothing 6\text{mm}$  LU 30 mm. La forme générale reste cependant la même (Annexe 2).

Le contrôle de température est réalisé à l'aide d'un thermocouple placé sur la partie utile de l'éprouvette. La mise en température est effectuée avec une précharge d'environ 10% de la charge finale. Une fois la température de consigne atteinte, le four est stabilisé pendant environ une heure puis la mise en charge est effectuée rapidement mais sans à-coup. Du fait de l'encombrement des résistors dans l'enceinte, l'allongement de l'éprouvette est mesuré en dehors de cette dernière à l'aide de deux capteurs LVDT (l'un de course  $\pm 10$  mm avec une précision de  $0,3 \mu\text{m}$  et l'autre de course  $\pm 20$  mm avec une précision de  $0,6 \mu\text{m}$ ) mesurant la déformation entre l'enceinte et la ligne de charge. Le signal de déformation ainsi que la température sont enregistrés sur un PC et sur une table traçante.



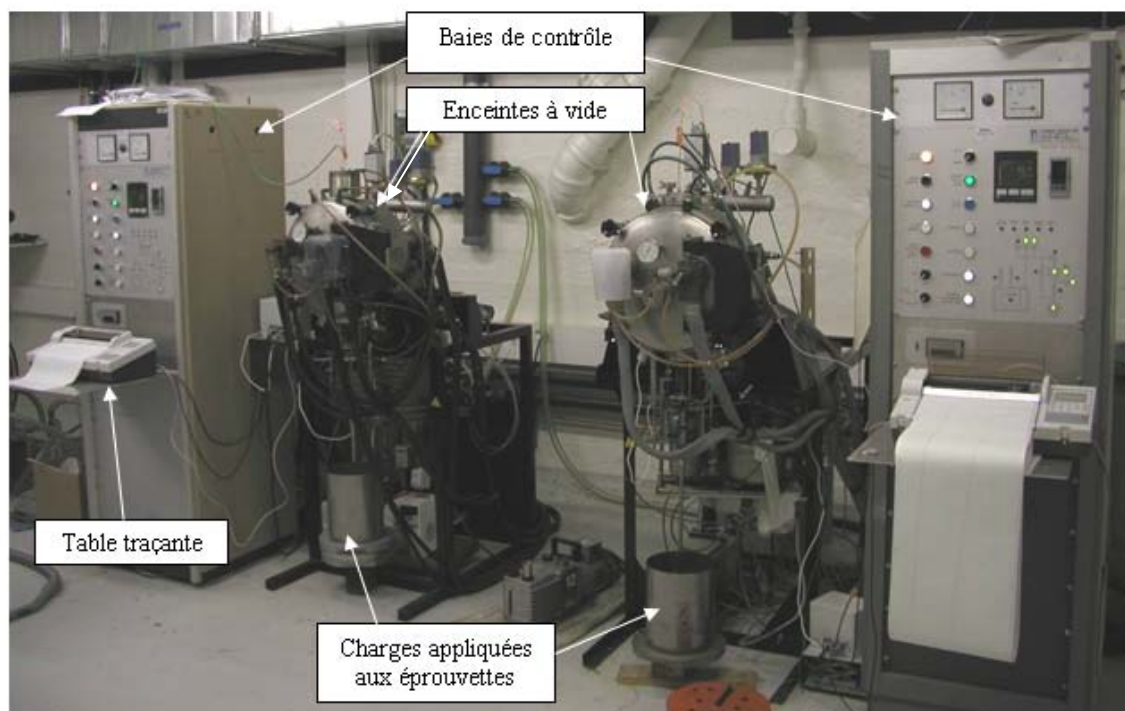


Figure II-3 : Machines de fluage sous vide secondaire, VAS à gauche et VMDI à droite.

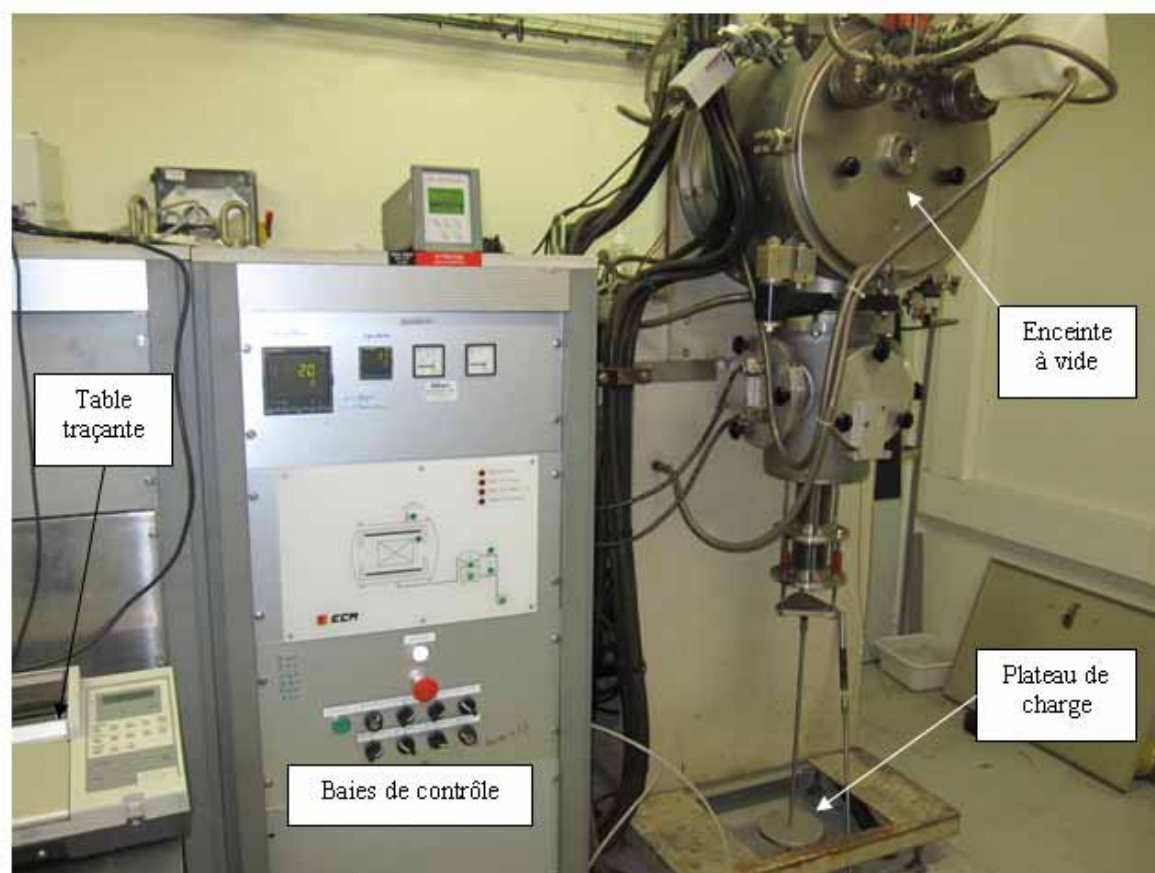


Figure II-4 : Machine de fluage sous vide secondaire LPA.

## II.2.4. Vieillissement sous charge

### II.2.4.1. Objectif

L'objectif des essais de vieillissement sous charge est d'évaluer le comportement mécanique de l'Inconel 617 et du Haynes 230 et d'observer leur microstructure après avoir subi un traitement thermomécanique correspondant aux conditions d'utilisation de l'IHX. La seule différence provient de l'atmosphère d'essai (air au lieu d'hélium).

Le vieillissement sous charge réalisé dans le cadre du projet permettra :

- de comparer la microstructure de l'Inconel 617 et du Haynes 230 en condition réelle d'utilisation avec celle obtenue après un vieillissement thermique sans contrainte mécanique extérieure ;
- d'étudier l'influence d'une contrainte mécanique faible lors du vieillissement sur les propriétés mécaniques en traction et en fluage de ces deux alliages.

Dans la suite de ce rapport, le vieillissement thermique sans contrainte mécanique extérieure sera appelé *vieillissement thermique simple* ou *vieillissement simple*.

### II.2.4.2. Conditions

Les conditions thermiques et mécaniques ont été choisies en suivant les spécifications de l'échangeur de chaleur IHX. Ces conditions sont les suivantes :

- *Température* : 850°C ou 950°C ;
- *Contrainte* : 7 MPa ;
- *Durée* : 1000 h (durée utilisée lors de vieillissements simples antérieurs).

### II.2.4.3. Difficultés de réalisation

La principale difficulté rencontrée lors de ce type d'essai est la reproductibilité des conditions (température et contrainte).

Afin d'avoir un maximum de matière pour réaliser des éprouvettes d'essais mécaniques à partir d'un seul échantillon vieilli sous charge, garant de conditions de vieillissement identiques, chaque éprouvette de vieillissement sous charge correspond à un tronçon de barre de longueur utile 200 mm (barre Ø 38,1 mm pour le Haynes 230 et barres Ø 25,4 mm et Ø 16 mm pour l'Inconel 617). Ces éprouvettes sont usinées à chaque extrémité pour permettre un amarrage adéquat réalisé spécialement pour ce type d'essai. Les plans des éprouvettes de vieillissement sous charge sont présentés en Annexe 3. Deux éprouvettes de vieillissement sous charge ont été usinées dans chaque barre, une par condition d'essai.

Afin d'éviter des pertes thermiques trop importantes du fait des diamètres d'éprouvette importants, des rondelles d'alumines ont été installées entre les éprouvettes et les mors de maintien. Pour contrôler le gradient de température dans ces éprouvettes de grande taille de manière satisfaisante (longueur utile 220 mm), trois trous ont été percés jusqu'au cœur de la barre pour y installer des thermocouples : un en haut de la partie utile, un au centre et un dernier en bas de la partie utile. Lors des essais, le gradient de température doit être de  $\pm 1^\circ\text{C}$ .

### II.2.4.4. Montage

Du fait des sections importantes des échantillons de vieillissement sous charge, les essais ont été effectués sur l'une des machines de fluage de 30 kN. Afin de mesurer les éventuelles déformations des éprouvettes, un capteur LVDT est installé sur un bras fixé sur l'une des colonnes de la machine et mesurant la déformation entre le bâti de la machine et le tirant supérieur. Nous avons ainsi vérifié que pour ce niveau de contrainte de fluage nominale, la déformation de la partie utile des éprouvettes était inférieure aux déformations mesurables



par ce dispositif, la métrologie des éprouvettes après essai ne montrant pas de modifications géométriques. La déformation mesurée par le capteur LVDT correspond à la déformation des zones de faible section des éprouvettes au niveau des amarrages et de la ligne de charge.

Le montage de l'expérimentation est présenté sur la Figure II-5 dans le cas d'une éprouvette en Haynes 230 ( $\varnothing$  38,1 mm).

Après vieillissement sous charge, des éprouvettes de traction, de fluage et des coupons pour l'étude de la microstructure ont été usinés dans les échantillons.

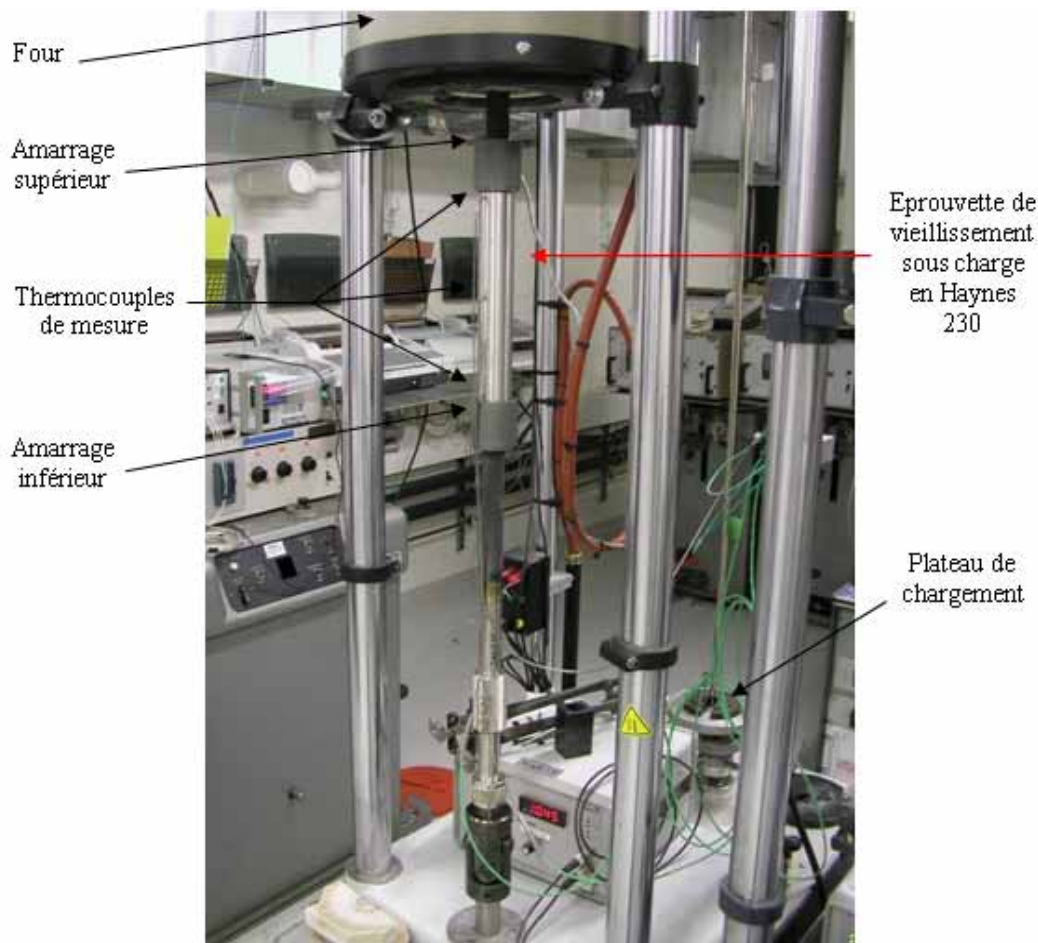


Figure II-5 : Montage des essais de vieillissement sous charge à  $850^{\circ}\text{C}$  et  $950^{\circ}\text{C}$  sous 7 MPa sous air (machine de fluage MAYES).

## II.2.5. Fatigue et fatigue relaxation

### II.2.5.1. Essais de fatigue et fatigue relaxation

La fatigue des matériaux et des composants d'une structure correspond à l'endommagement menant à la rupture dû à une contrainte ou une déformation imposée de manière cyclique. La rupture de fatigue intervient sous l'influence de contraintes cycliques dont la valeur maximale est le plus souvent très inférieure à des valeurs dites « de sécurité » estimées à partir de résultats de tests statiques. Un des points importants de l'étude de la durée de vie en fatigue est la différenciation entre la fatigue à grand nombre de cycles, HCF (High-Cycle Fatigue) et la fatigue oligocyclique LCF (Low-Cycle Fatigue). Pour la HCF, au niveau macroscopique, la déformation reste confinée dans le domaine élastique du matériau. Par contre, dans le cas de la LCF, les contraintes maximales enregistrées peuvent dépasser la limite d'élasticité du matériau, provoquant ainsi une déformation plastique. Dans le cas de

composants utilisés à haute température comme un échangeur thermique d'une centrale nucléaire, le chargement cyclique est issu des déformations thermomécaniques lors des montées et descentes en température correspondant aux démarrages et aux arrêts du réacteur et intervient la plupart du temps à déformation imposée, la surface externe du composant ne pouvant pas se déformer.

En conditions réelles, ces composants, souvent en superalliages, sont également exposés au fluage lors des phases normales de fonctionnement à haute température. Ainsi, il est essentiel de considérer à la fois le comportement et l'endommagement dus à la fatigue et au fluage. Les tests de laboratoire pratiqués pour représenter ces cycles thermomécaniques remplacent la déformation thermique par une déformation imposée à température constante. Ainsi, les cycles de démarrages et d'arrêts d'une centrale nucléaire sont simulés par des cycles de fatigue symétriques avec une vitesse de déformation constante comprenant une période de maintien à la déformation maximale soit en traction, soit en compression appelés essais de fatigue relaxation. L'allure des courbes de fatigue et fatigue relaxation ainsi que les données pouvant être extraites de ces types d'essais sont présentées sur la Figure II-6.

Les essais de LCF sont complexes. De nombreux paramètres dépendant du temps autres que le fluage interviennent comme la fréquence des cycles, la vitesse de déformation, la position du palier de relaxation, etc. Dans le cadre de cette étude, seuls les essais de fatigue et de fatigue relaxation avec un maintien en traction seront utilisés avec une vitesse de déformation fixe.

#### II.2.5.2. Description des machines hydrauliques et des systèmes de mesure

Les essais de fatigue plastique oligocyclique et de fatigue relaxation sur des échantillons d'Inconel 617 et de Haynes 230 ont été réalisés sur deux machines hydrauliques MTS dont les caractéristiques sont les suivantes :

- *Capacité* : 100 kN ;
- *Fréquence maximale* : 60 Hz ;
- *Encombrement maximum admissible* : 870 mm (machine pour essais sous air), 770 mm (machine pour essais sous vide) ;
- *Course du vérin hydraulique* : 100 mm ;
- *Cellules de force* : 100 kN avec une erreur relative de  $\pm 50$  N (machine pour essais sous air), 50 kN avec une erreur relative de  $\pm 25$  N (machine pour essais sous vide).

Un extensomètre à tige quartz MTS, refroidi par un bain thermostaté réglé à 21°C, assure la mesure fine de la déformation. Ses caractéristiques techniques sont les suivantes :

- *Gamme de mesure* : +20%/-10% avec une base de mesure de 12 mm ;
- *Résolution* : 0,1  $\mu\text{m}$  ;

Ces machines sont situées dans des pièces climatisées dont la température est réglée à 24°C à  $\pm 1^\circ\text{C}$  permettant d'éviter les perturbations du signal par les variations de température.

Les éprouvettes sont de type axisymétrique et possèdent un diamètre utile de 6 mm pour une longueur utile de 14 mm (Annexe 2). Le rapport diamètre utile/longueur utile est plus élevé que pour les éprouvettes de traction et de fluage afin d'éviter des problèmes de flambement lors des phases de compression. Suivant le diamètre de la barre d'origine, les éprouvettes sont prélevées par découpe au fil puis usinées ou directement usinées. Avant essai, la surface de la partie utile des éprouvettes est polie finement afin d'éliminer les éventuelles rayures dues à l'usinage.

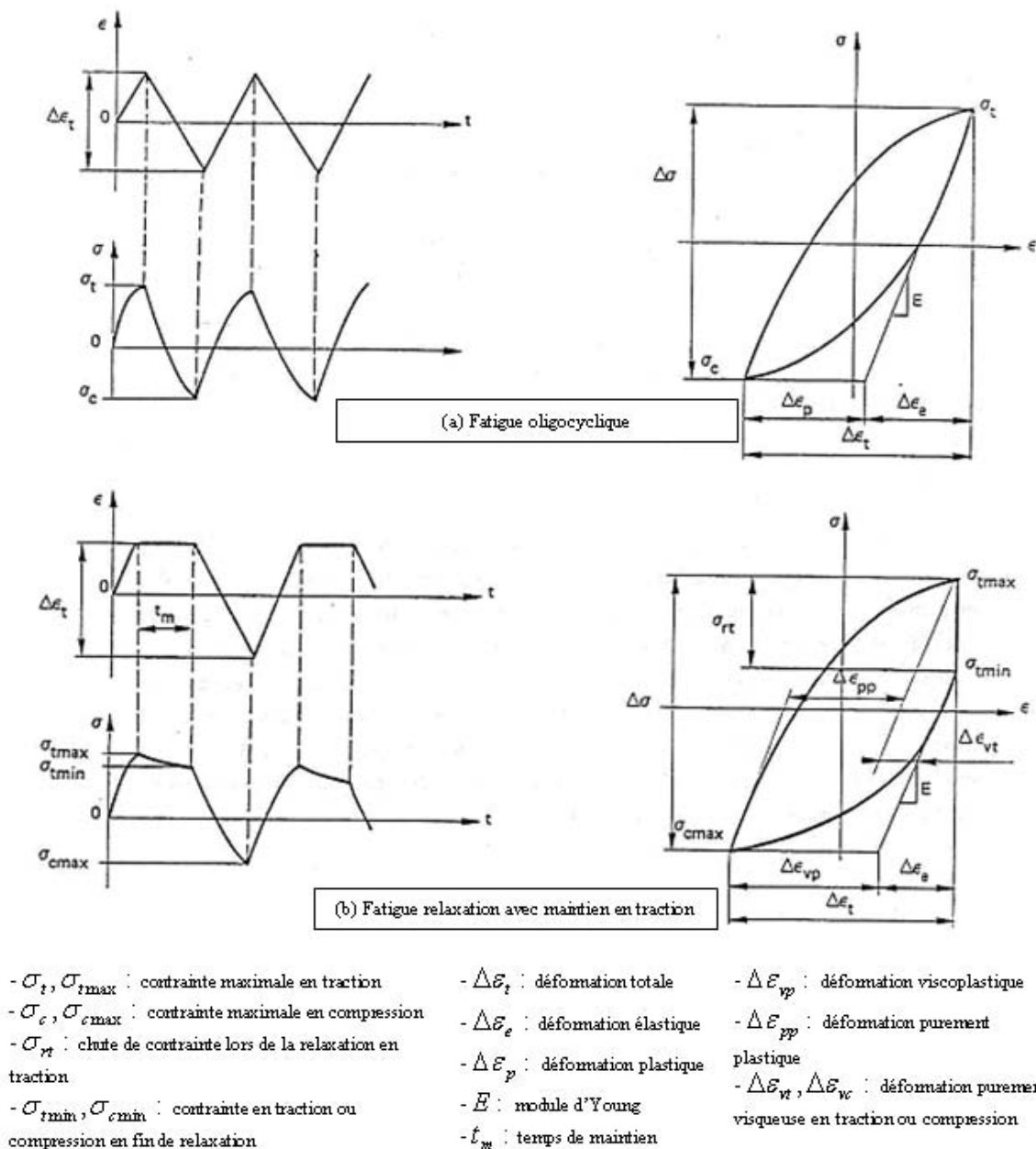


Figure II-1 : Modes de sollicitation utilisés et allure des cycles obtenus lors des essais de fatigue et fatigue relaxation et traction à déformation imposée [EL GHARAD 86].

### ➤ Essais sous air

La machine hydraulique dédiée aux essais de fatigue et fatigue relaxation sous air est équipée d'un four résistif MTS 1000°C fixé sur l'une des colonnes de la machine (Figure II-7). La longueur des tiges de l'extensomètre utilisée pour ces essais est dans la configuration standard MTS pour une utilisation optimale de l'extensomètre (longueur des tiges quartz de 85 mm). La mesure de température est effectuée à l'aide de trois thermocouples en contact avec la partie utile de l'éprouvette. Actuellement, les essais sous air sont limités à 850°C car la colonne de charge est en Udimet 720.

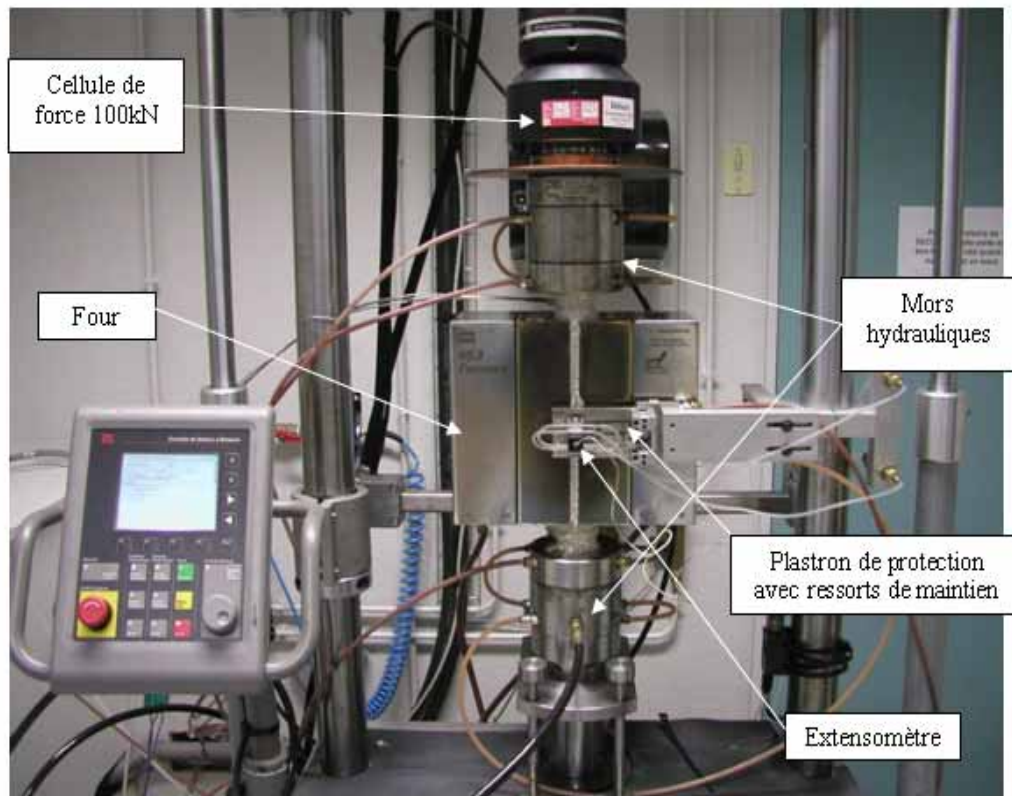


Figure II-7 : Machine hydraulique MTS 100 kN équipée d'un four résistif MTS 1000°C permettant de réaliser les essais de fatigue et fatigue relaxation à 850°C.

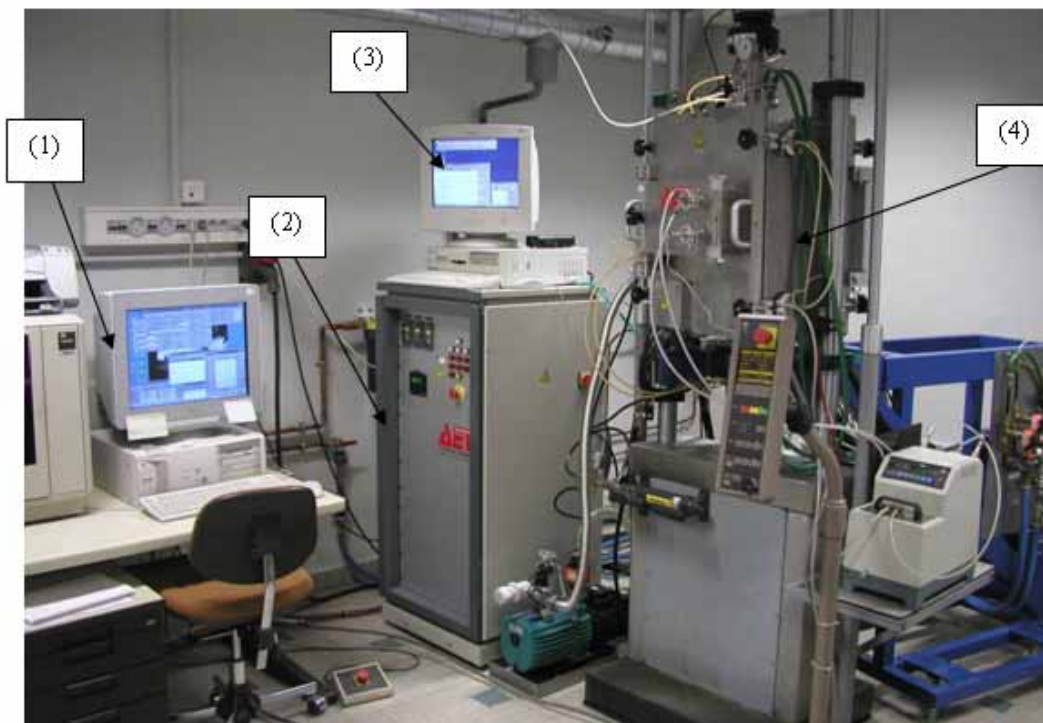


Figure II-8 : Vue d'ensemble de la machine de fatigue et fatigue relaxation sous vide primaire jusqu'à 1000°C : (1) Contrôle de la machine hydraulique, (2) Baie de contrôle du four, (3) Mesure de température, (4) Enceinte sous vide primaire.

### ➤ Essais sous vide

Ces essais ont été réalisés dans une enceinte sous vide primaire équipée d'un four résistif 1000°C de AET Technologies. La Figure II-8 présente une vue d'ensemble de la machine de fatigue et fatigue relaxation sous vide. L'ensemble du montage, des essais et des modifications effectués sur l'expérimentation ont été réalisés au cours de ce travail de thèse. La description approfondie de cette machine se trouve en Annexe 4. La mesure de température est effectuée comme sous air à l'aide de trois thermocouples en contact avec la partie utile de l'éprouvette. En comparaison des tests effectués sous air, les tiges de l'extensomètre utilisé pour les essais sous vide ont été rallongées (longueur des tiges quartz de 100 mm). L'explication de cette modification est présentée en Annexe 4.

#### II.2.5.3. Logiciels de contrôle et d'acquisition

Le programme de gestion de chaque machine est installé sur PC relié au contrôleur MTS de type Testar sur la machine d'essais sous vide et Testar II sur la machine sous air.

Un logiciel MTS appelé *MTS LCF*, *HCF*, *ADVLCF* spécialement dédié aux essais de fatigue et de fatigue relaxation permet le pilotage de l'essai en fixant différentes conditions telles que le nombre de points par cycle et les critères d'arrêt de l'essai. L'avantage de ce logiciel est de donner l'accès à de nombreuses données en fin d'essai comme l'évolution de la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles, les hystérésis, mais également à la déformation plastique associée à chaque cycle par un calcul automatique du module d'Young pour chaque cycle. L'Inconel 617 et le Haynes 230 présentent tous deux des instabilités de type Portevin-Le Chatelier en traction comme en compression (Figure II-9(a)). Ces instabilités entraînent l'arrêt de l'essai dès les premiers cycles quelles que soient les conditions d'arrêt fixées par l'opérateur, les paramètres PID étant inaccessibles.

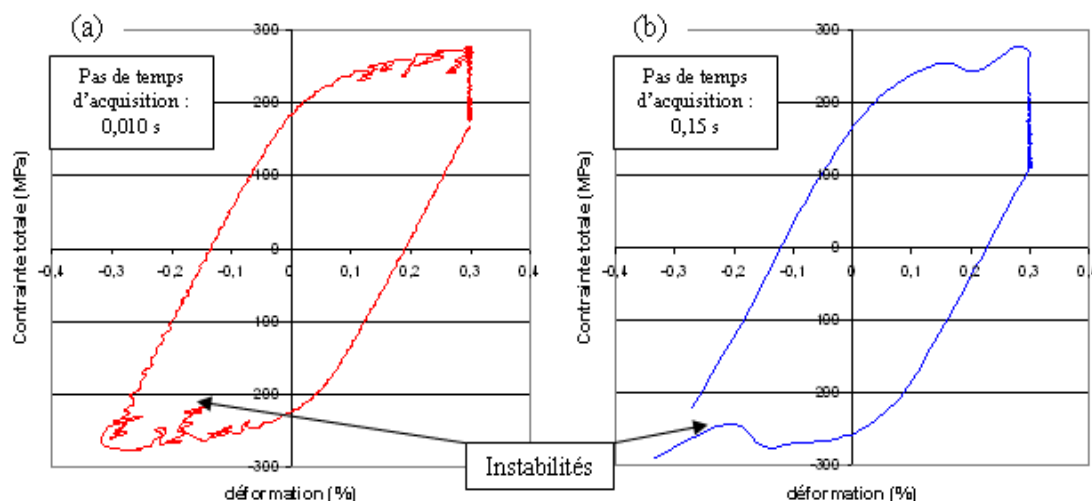


Figure II-2 : Exemple d'hystérésis obtenues lors de deux essais de fatigue relaxation effectués sur l'Inconel 617 : (a) intervalle d'acquisition fin (0,010 s), (b) intervalle d'acquisition standard (0,15 s).

Différentes solutions ont été utilisées afin de résoudre ce problème.

- La première consistait à effectuer un essai d'une vingtaine de cycles de fatigue à faible déformation (en règle générale  $\pm 0,1\%$ ). Cette technique ne permet pas toujours de limiter suffisamment les instabilités du matériau pour pouvoir utiliser le logiciel *MTS LCF*, *HCF*, *ADVLCF* obligeant à poursuivre le « pré-cyclage » de faible amplitude. De plus, l'influence de ces cycles de faible amplitude sur le comportement des matériaux au niveau des déformations recherchées n'est pas nulle.



- La seconde consiste à utiliser d'autres logiciels MTS beaucoup plus basiques, *Testware SX* sur la machine sous vide et *MPT MultiPurpose testware* sur la machine sous air (différence de version du Testar). L'avantage de ces logiciels est de pouvoir effectuer n'importe quel type d'essai sans problème d'arrêt dû aux instabilités contrairement au logiciel *MTS LCF, HCF, ADVLCF*, du fait de l'absence de conditions d'arrêt automatiques. A l'heure actuelle, l'arrêt de l'essai ne peut se faire que manuellement.

Dans tous les cas, un des paramètres important lors d'un essai de fatigue, mais plus particulièrement lors d'un essai de fatigue relaxation est l'intervalle de temps d'acquisition des données. En effet, pour un intervalle de temps réduit (Figure II-9(a)), toutes les instabilités du matériau sont visibles sur les hystérésis. Cependant, pour des essais de fatigue relaxation avec un palier de relaxation de longue durée, un intervalle de temps plus long est nécessaire afin d'éviter une quantité de données trop importante au détriment de certaines zones. Que ce soit en traction ou en compression, toutes les instabilités se résument à une unique vague visible sur la Figure II-9(b). Un compromis doit être trouvé suivant les conditions d'essai. L'intervalle de temps entre deux acquisitions a été fixé à 0,05 s pour les essais de fatigue oligocyclique et 0,15 s pour les essais de fatigue relaxation.

#### II.2.5.4. Traitement des données de fatigue et fatigue relaxation

Afin de traiter les fichiers de données en fin d'essai de fatigue et de fatigue relaxation, un programme compilé sous Matlab a été réalisé par Amina Sidhoum, David Izerable et Benoit Hernandez, élèves de l'ENSIACET de Toulouse dans le cadre de leur projet de deuxième année. Ce programme permet d'extraire les données suivantes :

- Les contraintes maximales en traction et en compression pour chaque cycle,
- La déformation plastique pour chaque cycle (valeur de déformation pour une contrainte nulle lors de la phase de traction, passage de  $\varepsilon_{min}$  à  $\varepsilon_{max}$  de déformation),
- La déformation due au fluage pour chaque cycle pour les essais de fatigue relaxation (valeur de déformation pour une contrainte nulle lors de la phase de compression, passage de  $\varepsilon_{max}$  à  $\varepsilon_{min}$  de déformation moins la valeur de déformation pour une contrainte nulle lors de la phase de traction),
- La valeur de la contrainte en fin de palier de relaxation pour chaque cycle lors des essais de fatigue relaxation.

#### II.2.5.5. Conditions d'essai

Les conditions des essais de fatigue et fatigue relaxation réalisés sont les suivantes :

- ➔  $R = \frac{\varepsilon_{max}}{\varepsilon_{min}} = -1$  ;
- ➔  $\Delta\varepsilon = \varepsilon_{max} - \varepsilon_{min} = 0,6\%$  ;
- ➔  $\dot{\varepsilon} = 4.10^{-3} s^{-1}$  ;
- ➔ Température : 850°C ;
- ➔ Relaxation uniquement en traction pour une amplitude maximale de 0,6%, durées : 0s, 6s, 60s, 600s et 3000s.
- ➔ Arrêt de l'essai lorsque la contrainte maximale d'un cycle est inférieure à 60% de la contrainte maximale de l'essai en entier. Suivant ce critère, le nombre de cycles jusqu'à l'arrêt sera considéré par la suite comme le nombre de cycles à rupture.

## **II.3. Techniques d'analyse**

### **II.3.1. Préparation des échantillons pour les études microstructurales**

Pour les observations en microscopie optique et microscopie électronique à balayage, les échantillons ont été polis mécaniquement à l'aide de papiers SiC de grade 500 à 2400. Le polissage a été finalisé sur feutre jusqu'à un poli miroir à l'aide d'une pâte diamantée contenant des particules de diamètre 3  $\mu\text{m}$ . Les échantillons ont ensuite subi une attaque électrochimique dans un électrolyte composé de 100 ml de HCl et de 5 mg d'acide oxalique sous une tension de 1,5 V à température ambiante pendant 2 s.

Les observations des éprouvettes d'essais mécaniques ont été réalisées sur des coupes longitudinales des barres (axe de la barre parallèle au plan de coupe). Les autres échantillons ont été observés en coupe transversale (axe de la barre perpendiculaire au plan de coupe). Seuls les états de réception des deux matériaux ont été observés à la fois en coupe transversale et longitudinale.

### **II.3.2. Microscopie**

#### **II.3.2.1. Microscopie optique**

Les observations ont été réalisées en microscopie optique avec des grossissements allant de x50 pour réaliser des cartes des échantillons à x500 pour localiser des zones intéressantes pour la Microscopie Electronique à Balayage (MEB). Les images obtenues en microscopie optique seront repérées par l'indication MO.

#### **II.3.2.2. Microscopie électronique à balayage**

Les analyses en MEB ont été effectuées sur 2 appareils en modes électrons secondaires et électrons rétrodiffusés. Le mode de travail sera indiqué pour chaque image MEB : SE (Secondary Electron) pour le mode électrons secondaires et BSE (Backscattered Electron) pour le mode électrons rétrodiffusés. Ces appareils sont équipés d'une sonde d'analyse par dispersion en énergie (Energy Dispersive Spectroscopy, EDS), utilisée pour des analyses chimiques locales ou des cartographies chimiques.

#### **II.3.2.3. Microscopie électronique en transmission**

Les observations en Microscopie Electronique en Transmission (MET) sur les échantillons à l'état de réception ont été réalisées au Laboratoire des Composant PEM au CEA de Grenoble par Nathalie Scheer sur un microscope JEOL 2000FX. Les observations MET sur les échantillons d'Analyse Thermique Différentielle ont été réalisées à l'Institut Carnot CIRIMAT de Toulouse par Marie-Christine Laffont sur le microscope JEOL 2010 du service TEMSCAN de microscopie électronique. Ces appareils fonctionnent sous une tension de 200 kV et sont équipés d'un détecteur EDS.

### **II.3.3. Dureté**

Une analyse de dureté a été réalisée sur les échantillons ayant subi un vieillissement thermique sans charge afin de relier la dureté des matériaux à une évolution de microstructure. Cette analyse s'est faite à l'aide d'une pointe diamantée de type Vickers sous une charge de 20 kg. Pour chaque échantillon, une série de 7 empreintes a été effectuée. La mesure de la taille des empreintes se fait par voie électronique donnant la valeur moyenne, l'écartement des mesures et l'écart type de manière automatique.

## II.3.4. Analyse thermique différentielle (ATD)

### II.3.4.1. Principe

L'Analyse Thermique Différentielle, ou ATD consiste à mesurer la différence de température entre un échantillon, métallique dans le cas étudié ici, et un corps de référence inerte durant un programme de montée et/ou de descente en température. Cette mesure est effectuée à l'aide de deux thermocouples, l'un sur l'échantillon, l'autre sur l'inerte. Elle est sensible à la différence de l'enthalpie de l'échantillon par rapport à l'enthalpie de l'échantillon de référence, ces deux enthalpies étant bien sûr dépendantes de la température [BOELTINGER 06].

Cette technique d'analyse peut être utilisée pour connaître les transitions et les diagrammes de phases, ou encore la température des traitements thermiques de revenu à effectuer sur des alliages métalliques. Dans le cadre de cette étude, l'ATD a été employée afin de visualiser les diverses transitions de phases de l'Inconel 617 et du Haynes 230 lors des montées et descentes en température, (précipitation et dissolution des précipités).

### II.3.4.2. Montage

Le montage de l'ATD est constitué d'une enceinte E, dont la température est homogène, dans laquelle sont placés deux creusets en céramique, l'un contenant l'échantillon à analyser, et l'autre l'échantillon de référence (Figure II-10). Le plus souvent, cette référence est de la poudre d'alumine  $Al_2O_3$ , ne subissant aucune transformation dans une large gamme de température. La température de chaque échantillon est mesurée à l'aide d'un thermocouple en contact avec ces derniers. Suivant l'atmosphère utilisée lors de l'essai et le débit du gaz correspondant, la géométrie et la taille des échantillons peuvent varier.

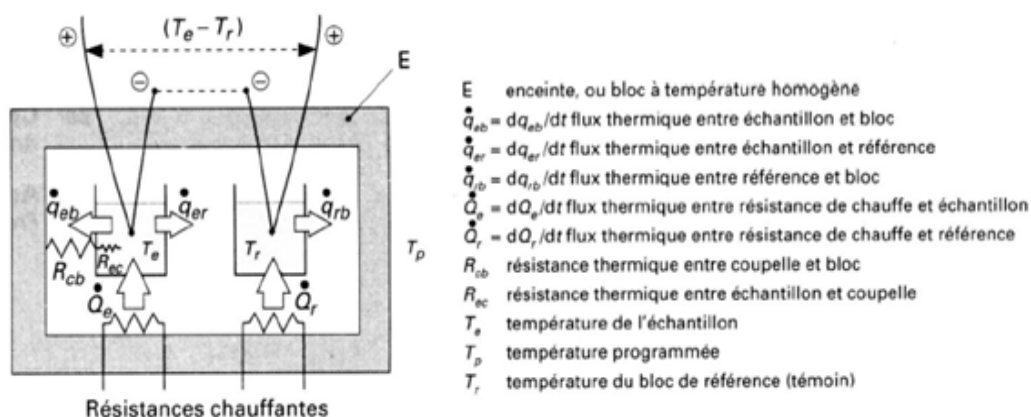


Figure II-3 : Schéma de fonctionnement d'un appareil d'Analyse Thermique Différentielle ATD avec les différents flux thermiques mis en jeux [EYRAUD].

### II.3.4.3. Signal

Le signal ATD correspond à la différence de voltage entre le thermocouple de l'échantillon et le thermocouple de la référence. Un exemple de courbe ATD est représenté sur la Figure II-11, dans le cas d'une courbe idéale de la fusion d'un métal. Les températures de transition comme celle de la fusion (courbe du bas) et de la solidification (courbe du haut) correspondent au début des pics.

Il est possible de tracer le signal ATD en fonction de différents paramètres. Afin de visualiser la température d'apparition d'évènements tels qu'une transition de phase, le tracé est réalisé en fonction de la température de l'enceinte ou de l'échantillon. Par contre, pour une analyse plus quantitative, un tracé en fonction du temps est privilégié.



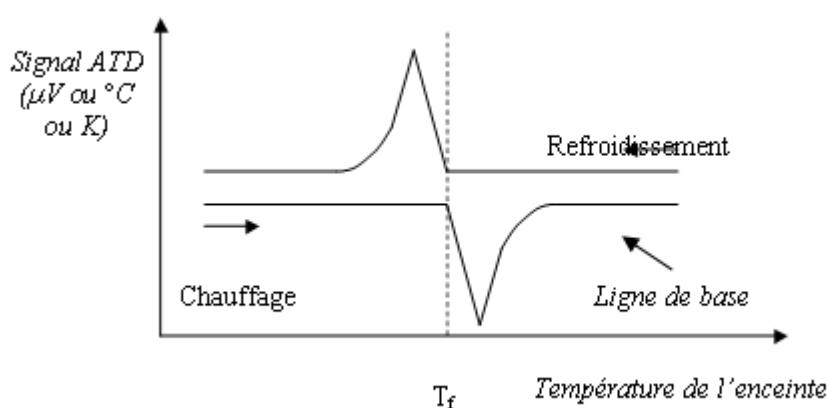


Figure II-4 : Exemple de tracé obtenu par Analyse Thermique Différentielle dans le cas d'une fusion idéale d'un métal ( $T_f$ , température de fusion) [BOELTINGER 06].

#### II.3.4.4. Avantages et inconvénients

En comparaison d'autres méthodes d'analyse thermique, l'ATD présente de nombreux avantages :

- les essais sont rapides (vitesses de montée et de descente en température pouvant être élevées) ;
- la masse des échantillons nécessaire pour ce genre d'analyse est souvent faible, quelques milligrammes à quelques grammes suffisent suivant le matériau ;
- les essais peuvent être réalisés dans une gamme de température très étendue.

Cependant, l'ATD présente un inconvénient majeur. En effet, il est souvent difficile de déterminer la ligne de base de l'essai ce qui a pour conséquence une mauvaise visualisation des pics pendant les transitions, en particulier pour les calculs de surface (analyse quantitative). Ce phénomène est accentué par le recouvrement partiel des pics voisins [EYRAUD].

Les essais d'ATD réalisés dans le cadre de la thèse ont été effectués au CIRIMAT de Toulouse sur un appareil SETARAM SETSYS. Les échantillons à analyser sont des cylindres en Inconel 617 et en Haynes 230 de diamètre 3,8 mm et de hauteur 5 mm. L'échantillon inerte utilisé lors des essais est de la poudre d'alumine  $Al_2O_3$ .

# Chapitre III

## *Evolution microstructurale après vieillissements thermiques*

## **Sommaire du chapitre**

<b>III.1. Microstructure à l'état de réception.....</b>	<b>55</b>
III.1.1. Inconel 617.....	55
III.1.1.1. Précipités à l'état de réception .....	55
III.1.1.2. Hétérogénéité de microstructure .....	56
III.1.2. Haynes 230.....	58
III.1.2.1. Précipités à l'état de réception .....	58
III.1.2.2. Hétérogénéité de microstructure du Haynes 230 .....	59
<b>III.2. Microstructure après vieillissements thermiques sans charge.....</b>	<b>60</b>
III.2.1. Inconel 617.....	60
III.2.1.1. Evolution de la microstructure à 850°C .....	60
III.2.1.2. Evolution de la microstructure à 950°C .....	64
III.2.2. Haynes 230.....	68
III.2.2.1. Evolution de la microstructure à 850°C .....	68
III.2.2.2. Evolution de la microstructure à 950°C .....	71
III.2.3. Dureté.....	75
III.2.3.1. Inconel 617.....	75
III.2.3.2. Haynes 230.....	76
III.2.4. Conclusions sur l'évolution de microstructure des alliages après vieillissements thermiques .....	78
III.2.4.1. Etat de réception.....	78
III.2.4.2. Vieillissements thermiques à 850°C .....	79
III.2.4.3. Vieillissements thermiques à 950°C .....	81
<b>III.3. Analyse Thermique Différentielle (ATD).....</b>	<b>83</b>
III.3.1. Description des essais.....	83
III.3.2. Analyse des résultats d'ATD pour un échantillon en cœur de barre.....	83
III.3.2.1. Présentation générale des résultats.....	83
III.3.2.2. Examen microstructural .....	84
III.3.2.3. Identification des pics.....	87
III.3.3. Autres informations tirées des essais d'ATD .....	90
III.3.3.1. Température de fusion de la barre Ø 50 mm en Inconel 617 .....	90
III.3.3.2. Influence de la vitesse de montée en température.....	91
III.3.4. Conclusions sur l'analyse thermique différentielle .....	91
<b>III.4. Microstructure après vieillissement thermique sous faible charge .....</b>	<b>93</b>
III.4.1. Inconel 617.....	93
III.4.1.1. Barre de diamètre 16 mm .....	93
III.4.1.2. Barre de diamètre 25,4 mm .....	95
III.4.2. Haynes 230.....	97
III.4.3. Conclusions sur le vieillissement sous charge .....	99

## III.1. Microstructure à l'état de réception

### III.1.1. Inconel 617

#### III.1.1.1. Précipités à l'état de réception

L'étude des précipités à l'état de réception a été réalisée sur la barre  $\varnothing$  50 mm. A l'état de réception, les zones intragranulaires comme certains joints de grains contiennent de gros précipités primaires de type MC de couleur orangée. Ces précipités sont des carbonitrides de titane  $Ti(C,N)$  facettés de structure cubique à faces centrées dont la taille varie entre 250 nm et 10  $\mu m$  (Figure III-1 (a)). Ces carbures ne sont pas en relation d'orientation avec la matrice. Une analyse EDS de l'un de ces précipités donne une composition d'environ 82% at. de Ti, 13% at. de Mo, 3% at. de Cr, 1% at. de Ni et 1% at. de Co. Contrairement à ce qui est reporté dans la littérature [TAKAHASHI 78] [WU 06], seuls des carbures MC riches en Ti ont été observés dans les barres étudiées.

Un second type de carbure primaire de formule  $M_6C$  se rencontre à la fois à l'intérieur des grains et aux joints de grains pouvant être de forme globulaire ou facettée non cohérents avec la matrice (Figure III-1 (b)). La taille de ces précipités varie selon leur emplacement : jusqu'à 6  $\mu m$  aux joints de grains et entre 400 et 800 nm à l'intérieur de certains grains (structure cfc). Par analyse EDS, la composition de ces carbures est approximativement :  $Mo_3(Cr, Ni)_3C$ . Cette composition montre une plus forte teneur en Ni que celle obtenue par Takahashi [TAKAHASHI 78] (cf. I.1.1.1).

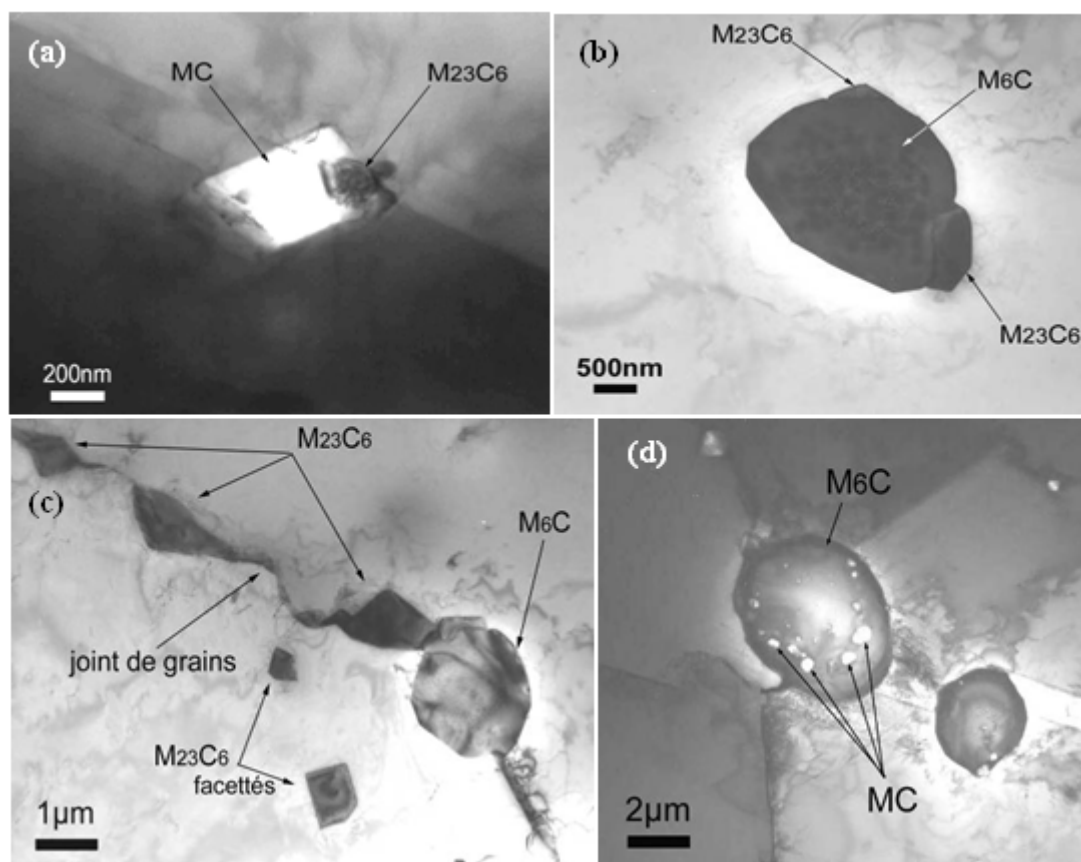


Figure III-1 : Micrographies MET d'un échantillon d'Inconel 617 à l'état de réception : (a) décomposition d'un carbure MC en  $M_{23}C_6$ , (b) décomposition d'un carbure  $M_6C$  en  $M_{23}C_6$ , (c) précipités  $M_6C$  et  $M_{23}C_6$  au niveau d'un joint de grain, (d) décomposition d'un carbure MC en  $M_6C$ .

En accord avec les résultats de la littérature, des carbures de type  $M_{23}C_6$  sont observés principalement aux joints de grains mais également à l'intérieur des grains (Figure III-1 (c)). Ces précipités sont cohérents avec la matrice, d'une épaisseur de quelques centaines de nanomètres et de structure cfc. Leur composition varie suivant leur localisation :  $Cr_{17}Mo_5(Ni, Co)_2C_6$  pour les intergranulaires et  $Cr_{20}(Mo, Co)_1Ni_2C_6$  pour les intragranulaires. Dans les deux cas, la taille de ce type de carbure varie entre 500 nm et 1  $\mu m$ .

Les décompositions des carbures primaires  $Ti(C,N)$  et  $M_6C$  suivant les réactions vues dans le paragraphe I.1.2.1.1 ont toutes les trois été observées dans le matériau (décomposition des MC en  $M_6C$ , des MC en  $M_{23}C_6$  et des  $M_6C$  en  $M_{23}C_6$ ). Cependant, la formation phase  $\gamma'$  n'a pas pu être vérifiée car aucun précipité de  $Ni_3Al$  n'a été observé à l'état de réception dans la barre étudiée.

### III.1.1.2. Hétérogénéité de microstructure

Les images MEB effectuées sur la barre  $\varnothing 50$  mm en coupe transversale montrent une hétérogénéité de microstructure rarement relatée dans la littérature. Des zones de forte précipitation sont observables au cœur de la barre comme le montre la Figure III-2 (a). Une coupe longitudinale du cœur montre que cette précipitation se fait suivant le sens long de la barre, formant ainsi des chapelets de précipités (Figure III-2 (b)). Les images en mode électrons rétrodiffusés (BSE) montrent que les précipités les plus gros de ces alignements sont des  $M_6C$  riches en Mo dont la taille avoisine 3  $\mu m$  (Figure III-2 (c)).

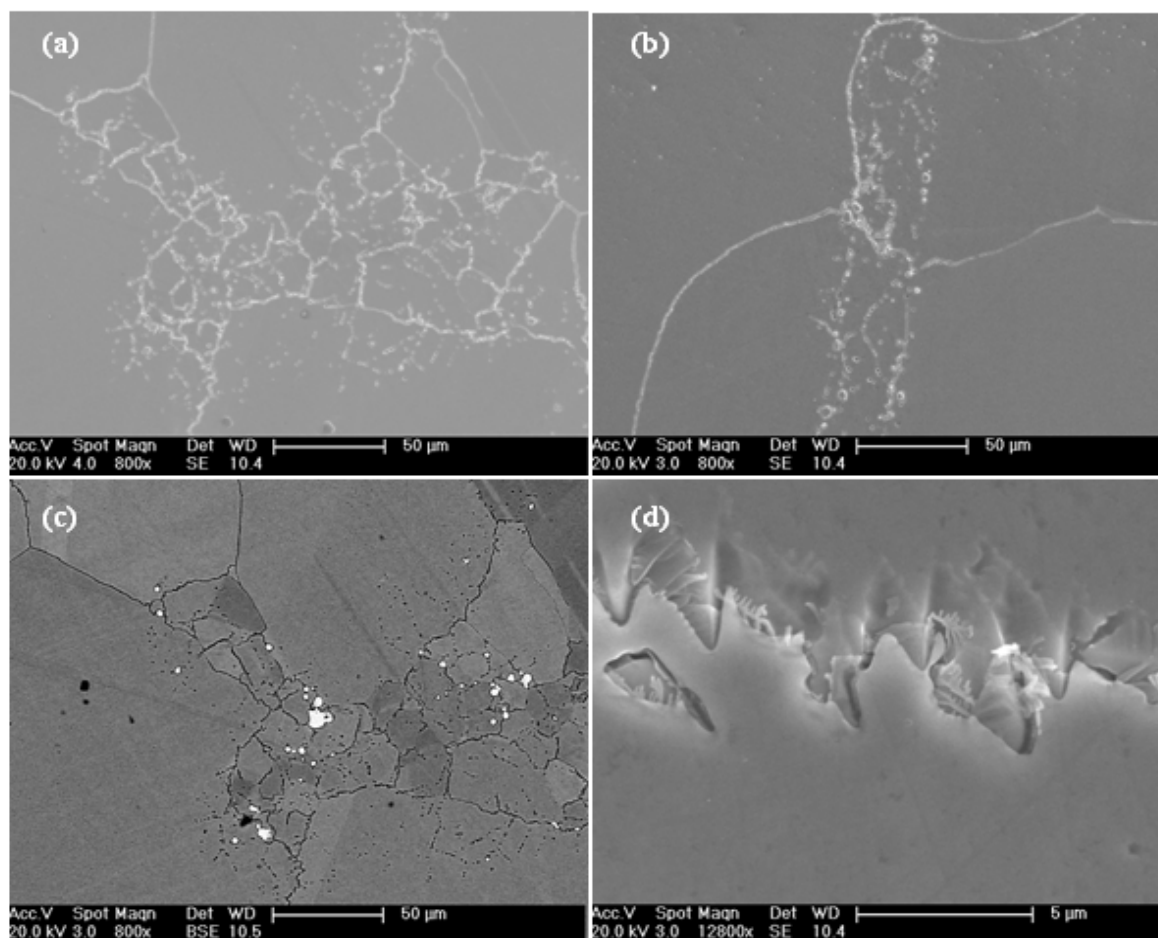


Figure III-2: Micrographies MEB de l'Inconel 617 à l'état de réception : (a) zone de forte précipitation, coupe transversale (SE), (b) zone de forte précipitation, coupe longitudinale (SE), (c) zone de forte précipitation, coupe transversale (BSE), (d) joint de grain (SE).

D'autres précipités apparaissent à proximité des  $M_6C$  sur la Figure III-2 (a) (en sombre sur la Figure III-2 (c)). Ces carbures de type  $M_{23}C_6$  sont localisés au niveau des joints de grains. Ces zones de forte précipitation correspondent à des zones de petits grains de matrice, induisant une hétérogénéité de taille de grain. La taille moyenne des grains au cœur de la barre d'Inconel 617 étudiée ici est d'environ  $180\ \mu m$ , alors que ceux localisés à proximité des zones de forte concentration en  $M_6C$  ont une taille d'environ  $20\ \mu m$ .

Des observations à plus faible grandissement (Figure III-3) montrent que ces zones de forte précipitation forment des alignements parallèles à l'axe de la barre. La distance entre ces alignements varie entre 0,2 et 1 mm. Ils sont observés au cœur de la barre, la périphérie (distance de 5 mm par rapport à la surface de la barre) en étant exempte. Cette différence de microstructure entre le cœur et la périphérie s'accompagne d'une légère différence de taille de grains. La taille moyenne des grains passe de  $180\ \mu m$  au cœur à environ  $270\ \mu m$  en périphérie. Cette différence de microstructure est due aux traitements thermomécaniques subis pendant et après la mise en forme. Cependant, l'impact de cette dernière sur les propriétés mécaniques du matériau n'a pas été étudié précisément.

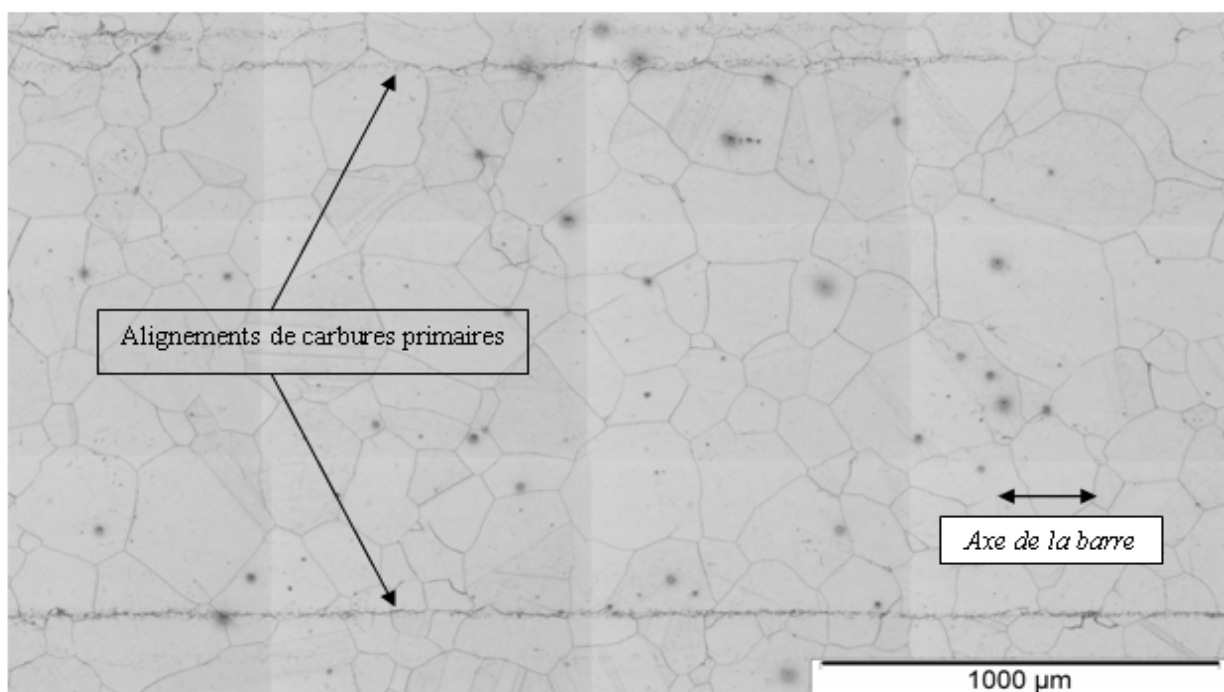


Figure III-3 : Micrographies optiques du cœur de la barre Ø 50 mm en Inconel 617 à l'état de réception en coupe longitudinale (axe de la barre horizontal).

TOTEMEIER et al. [TOTEMEIER 07] rencontrent également des zones de forte précipitation dans le cas d'une plaque de 20 mm d'épaisseur à l'état de réception. Le montage 3D de la microstructure de la plaque après attaque indique que le matériau contient de nombreux plans de carbures dans la direction de laminage auxquels sont associées des zones de faible taille de grain comme dans le cas de la barre présentée ici. L'origine de ces fortes précipitations reste encore inconnue.

Une autre particularité apparaît au niveau de certains joints de grains de la barre en Inconel 617 à l'état de réception. En effet, certains joints ne sont pas rectilignes mais ont un rayon de courbure faible et se présentent en forme de dents de scie que ce soit au cœur ou en périphérie de la barre (Figure III-2 (d)). A fort grandissement, des structures de forme dendritique sont observables à l'intérieur de nombreux joints de grains. Ces structures sont en fait des carbures de type  $M_{23}C_6$ . Ces joints semblent avoir migré durant les phases à haute température comme

la mise en forme ou le traitement de remise en solution puis ont été figés par la précipitation intergranulaire. Enfin, de nombreuses macles sont présentes à l'intérieur des grains de l'Inconel 617 à l'état de réception. Aucune précipitation n'est à signaler au niveau des joints de macle.

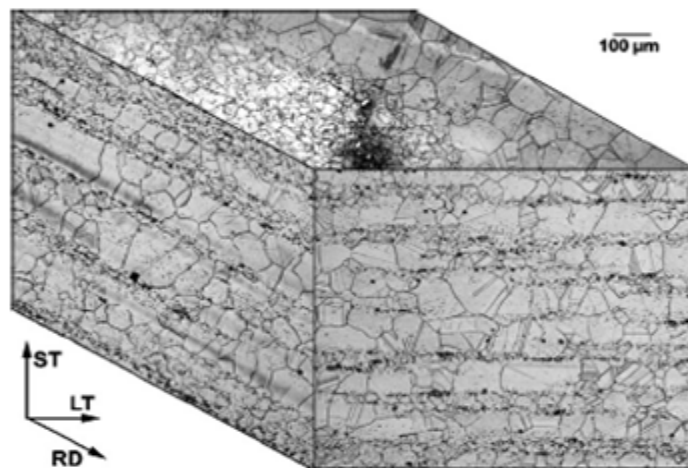


Figure III-4 : Microstructure de la plaque d'Inconel 617 de 20 mm d'épaisseur étudiée par TOTEMEIER et al. [TOTEMEIER 07] montrant des plans de carbures selon la direction de laminage.

En comparant la microstructure de deux autres barres de l'étude à l'état de réception, la seule différence notable avec la barre Ø 50 mm se situe au niveau de la répartition et de la morphologie des alignements de carbures. La largeur des alignements de carbures primaires (nombre de précipités) augmente et leur longueur diminue lorsque le diamètre des barres diminue. De même, les observations montrent que la taille des carbures primaires présents dans les alignements augmente lorsque le diamètre de la barre diminue. Comme pour la barre de diamètre 50 mm, la barre Ø 16 mm ne contient aucun alignement de carbures en périphérie. Cependant, de rares alignements diffus sont présents en périphérie de la barre Ø 25,4 mm. La taille des grains diffère également suivant les coulées, cette dernière étant identique pour les barres Ø 16 mm et Ø 25,4 mm. Pour ces deux barres, la taille moyenne des grains est d'environ 120 μm en cœur et 160 μm en périphérie. Une comparaison approfondie de l'état de réception des trois barres en Inconel 617 utilisées pendant cette étude est présentée en Annexe 5.

### III.1.2. Haynes 230

#### III.1.2.1. Précipités à l'état de réception

A l'état de réception, le Haynes 230 présente des précipités répartis de manière homogène dans le matériau (Figure III-5 (a)). Ces précipités sont des carbures de type  $M_6C$ , dont la composition moyenne est  $Ni_3W_3C$  [TAWANCY 92]. Une analyse par diffraction des rayons X a confirmé que ces carbures ont une structure cubique à faces centrées. Leur taille moyenne avoisine 4 μm à l'état de réception. Cette précipitation semble être due aux processus thermomécaniques subis par le matériau.

Un second type de précipités apparaît dans de rares joints de grains dès l'état de réception (Figure III-5 (b)). Les analyses EDS montrent que ces carbures du type  $M_{23}C_6$  riches en Cr dont la composition moyenne est  $Cr_{21}(W, MO)_2C_6$  [TAWANCY 92] (taille moyenne de 125 nm). Comme pour l'Inconel 617, ces carbures sont cohérents avec la matrice. Les joints de grains contenant des carbures  $M_{23}C_6$  sont légèrement dentelés.

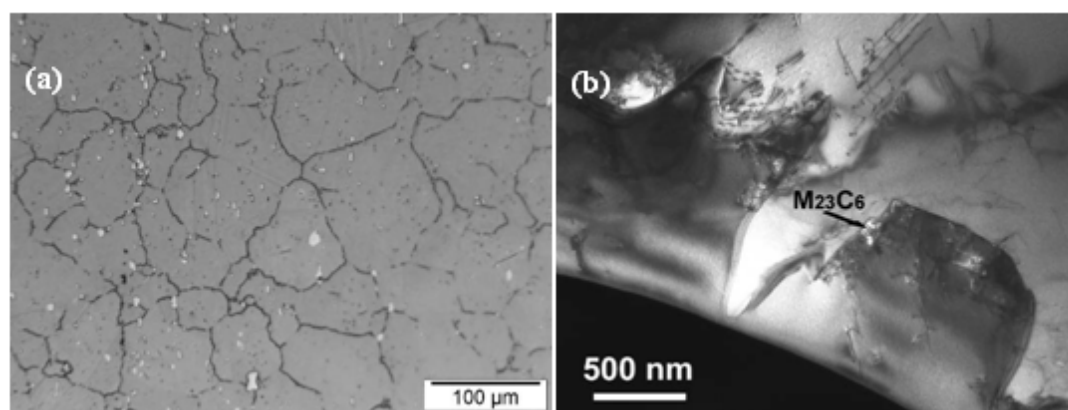


Figure III-5 : Etat de réception du Haynes 230 : (a) micrographie optique montrant les carbures  $M_6C$  (blanc), (b) précipitation d'un carbure  $M_{23}C_6$  dans un joint de grain (MET).

### III.1.2.2. Hétérogénéité de microstructure du Haynes 230

L'examen de l'état de réception des approvisionnements en Haynes 230 montre une bonne homogénéité microstructurale sauf pour deux barres : les barres  $\varnothing$  31,75 mm et  $\varnothing$  38,1 mm du lot n°2 (coulée 8305-1-7898). Pour la barre de plus faible diamètre, une dispersion de taille de grain importante est observée sur toute la section de la barre. Des grains de taille importante (environ 250  $\mu m$ ) apparaissent, entourés de grains dont la taille est comprise dans la fourchette du PV de réception (ASTM 6, taille de grains comprise entre 35  $\mu m$  et 50  $\mu m$ ). Pour la barre  $\varnothing$  38,1 mm, l'hétérogénéité de taille de grains est beaucoup plus importante que pour la barre précédente et localisée en périphérie de la barre. La Figure III-6 montre la différence de microstructure entre le cœur et la périphérie de la barre  $\varnothing$  38,1 mm. La taille moyenne des grains du cœur de la barre est d'environ 80  $\mu m$ , ce qui la place au dessus de la valeur indiquée sur le PV de réception matière (ASTM 5/6, taille de grains comprise entre 35  $\mu m$  et 75  $\mu m$ ). En périphérie, de très gros grains dont la taille varie entre 500  $\mu m$  et 1 mm sont entourés de zones à plus petits grains dont la taille est équivalente à celle mesurée au cœur de la barre.

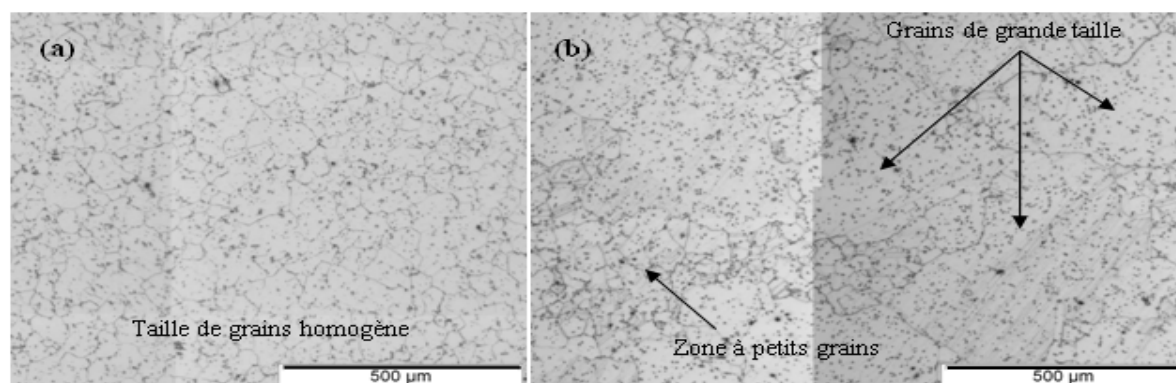


Figure III-6 : Hétérogénéité de microstructure à l'état de réception entre le cœur (a) et la périphérie (b) de la barre  $\varnothing$  38,1 mm du lot n°2 (coulée 8305-1-7898).

Cette hétérogénéité n'apparaît que dans le cas des barres  $\varnothing$  38,1 mm et  $\varnothing$  31,75 mm, mais n'est pas observée pour la barre  $\varnothing$  19,05 mm provenant de la même coulée. La composition chimique de la coulée n'est donc pas à l'origine de cette différence de taille de grain et est vraisemblablement due à des problèmes lors des traitements thermo mécaniques effectués par le fournisseur. Une comparaison détaillée de l'état de réception des différents approvisionnements en Haynes 230 utilisés pour cette étude est présentée en Annexe 6.



## III.2. Microstructure après vieillissements thermiques sans charge

Avant de présenter les résultats des traitements thermiques réalisés, il faut préciser qu'une étude de l'influence de la vitesse de refroidissement sur la microstructure de l'Inconel 617 et du Haynes 230 a été effectuée sur des échantillons vieillis à 850°C et 950°C pour des durées de vieillissement allant de 1 h à 100 h. L'analyse de l'évolution de la dureté en fonction de la durée du vieillissement et suivant le type de refroidissement n'a pas permis de distinguer de différence importante. Cette étude est présentée en Annexe 7. Ce constat permet de réaliser des observations sur tous les échantillons vieillis sans tenir compte de la vitesse de refroidissement et permet également de comparer cette étude avec l'ensemble des résultats de la littérature.

### III.2.1. Inconel 617

#### III.2.1.1. Evolution de la microstructure à 850°C

Après un vieillissement de 1 h à 850°C, les grains sont fortement marqués par la présence de précipités intragranulaires de type  $M_{23}C_6$  alignés. Ces alignements se font sur les dislocations situées sur les lignes de glissement de direction  $[1, 1, 1]$ . Certaines d'entre elles étant observables en microscopie électronique en transmission dès l'état de réception mais beaucoup plus visibles après vieillissement (cf. Annexe 8). Du fait de leur taille réduite, ces carbures ne sont pas discernables à l'échelle de la microscopie optique. La seule trace de leur présence est une attaque électrochimique préférentielle faisant apparaître les lignes de glissement comme le montrent les Figure III-7 (a) et (b). Les images obtenues en microscopie électronique à balayage au cœur des grains ne permettent pas non plus de révéler ces précipités secondaires au cœur des grains (Figure III-7 (c)), sauf à proximité des joints de grains (Figure III-7 (d)). Il semble donc que les carbures de type  $M_{23}C_6$  précipitent très tôt sur les lignes de glissement lors des vieillissements à 850°C et que leur taille soit plus importante à proximité des joints de grains. La majorité des joints de grains présente des carbures  $M_{23}C_6$  de forme dendritique qui tapissent une bonne partie du plan du joint (Figure III-7 (d)). Cette structure dendritique rappelle celle présentée par KIHARA et al. [KIHARA 80]. Des précipités secondaires commencent également à se former au niveau des joints de macle.

Après 10 h de vieillissement thermique à 850°C, de petits précipités intragranulaires de type  $M_{23}C_6$  riches en chrome sont observables sur les lignes de glissement en microscopie optique comme le montrent les Figures III-8 (a) à (c). Les carbures intragranulaires sont de taille plus importante à proximité des joints de grains ainsi qu'au cœur des grains. Ceux situés à proximité des joints de grains se présentent sous la forme de bâtonnets alignés suivant les lignes de glissement. Ce type de carbure est visible sur la Figure III-8 (d). Au niveau des joints de grains, des carbures  $M_{23}C_6$  ayant une structure dendritique sont observables dans le plan des joints. La structure s'est développée par rapport à l'échantillon vieilli 1 h comme le montre la Figure III-8 (d). La précipitation de carbure secondaire est également observable dans les joints de macle mais beaucoup moins développée qu'aux joints de grains.

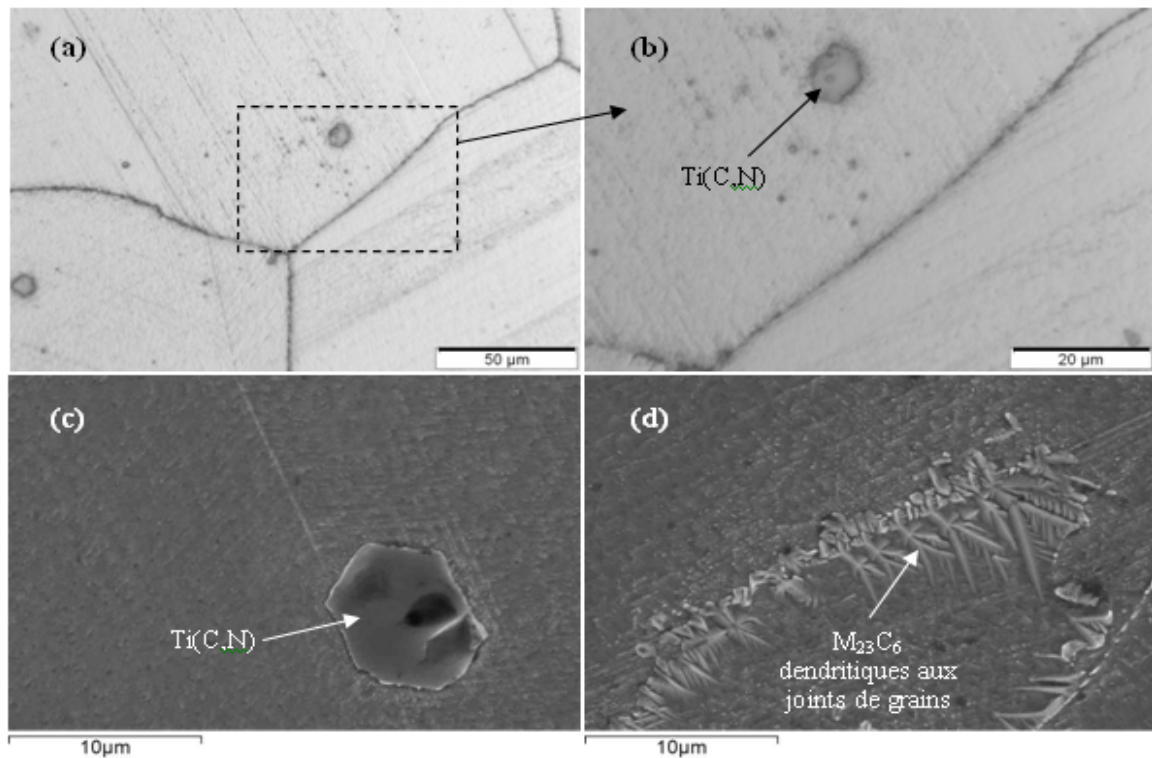


Figure III-7 : Micrographies d'un échantillon d'Inconel 617 vieilli 1 h à 850°C sous air en coupe transversale : (a) et (b) Microstructure intra et intergranulaire (MO), (c) Microstructure intragranulaire (MEB SE), (d) Précipitation intergranulaire (MEB SE).

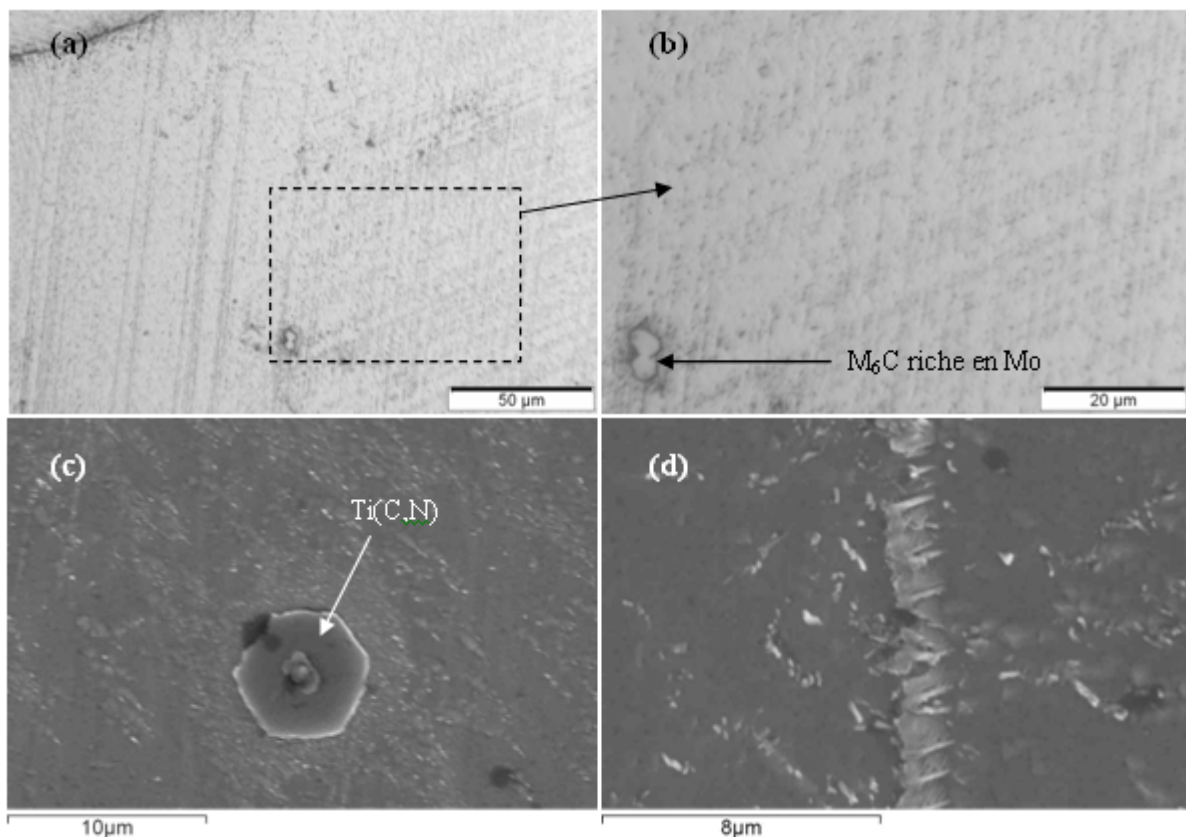


Figure III-8 : Micrographies d'un échantillon d'Inconel 617 vieilli 10 h à 850°C sous air en coupe transversale : (a) et (b) Microstructure intra et intergranulaire (MO), (c) Microstructure intragranulaire (MEB SE), (d) Précipitation intergranulaire (MEB SE).

De manière générale, le nombre de carbures secondaires situés sur les lignes de glissement après 100 h a diminué par rapport à 10 h mais la taille des précipités restant est plus importante comme le montrent les Figures III-9 (a) et (b). Aucune différence de précipitation intragranulaire n'est observée entre le cœur des grains et à proximité des joints de grains (Figure III-9 (b)). La décomposition des Ti(C,N) est observable et se manifeste par la formation de précipités de nature différente en surface de ces précipités primaires visibles sur la Figure III-9 (c). Une analyse de ces précipités sera présentée dans le paragraphe II.2.1.3. A 850°C, comme à 950°C la décomposition des carbures de type  $M_6C$  se développe avec la durée de vieillissement de l'Inconel 617. Cependant, cette décomposition est beaucoup moins importante que pour les Ti(C,N) et donc plus difficile à observer. L'étude de la décomposition des carbures primaires s'orientera donc principalement sur les Ti(C,N). La taille importante des carbures intragranulaires suivant les lignes de glissement après 100 h de vieillissement permet d'observer leur distribution suivant les grains en microscopie optique. Ces observations montrent que la répartition des carbures intragranulaires diffère suivant les grains (Figure III-9 (a)). Aucune explication n'a été trouvée sur l'origine de cette différence mais certaines hypothèses peuvent être soulevées : attaque électrochimique préférentielle suivant l'orientation cristallographique des grains permettant une observation des carbures intragranulaires plus aisée pour certaines orientations, ou hétérogénéité de précipitation suivant l'orientation cristallographique du fait des traitements thermomécaniques initiaux. Un épaississement des carbures intergranulaires de type  $M_{23}C_6$  commence à apparaître perpendiculairement au plan du joint. La réduction des espaces interdendritiques s'accroît par rapport aux vieillissements de plus courtes durées (Figure III-9 (d)).

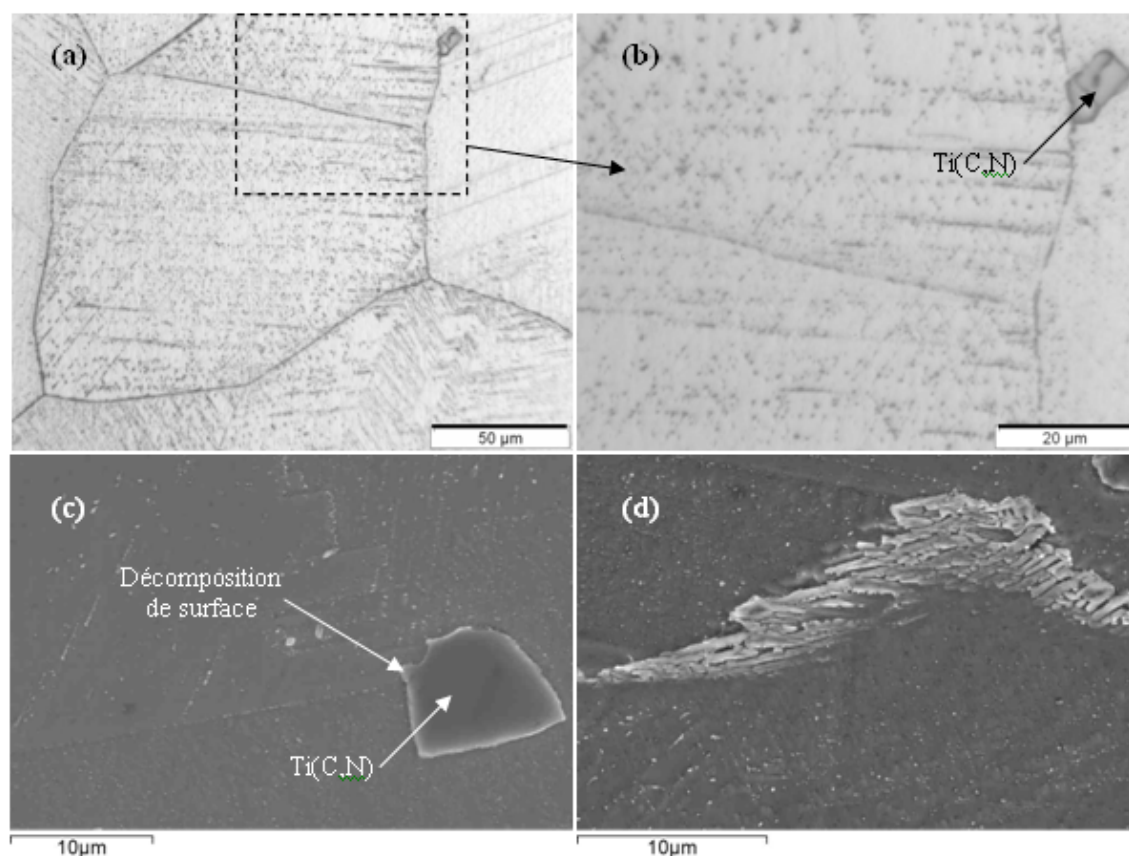


Figure III-9 : Micrographies d'un échantillon d'Inconel 617 vieilli 100 h à 850°C sous air en coupe transversale : (a) et (b) Microstructure intra et intergranulaire (MO), (c) Microstructure intragranulaire (MEB SE), (d) Précipitation intergranulaire (MEB SE).

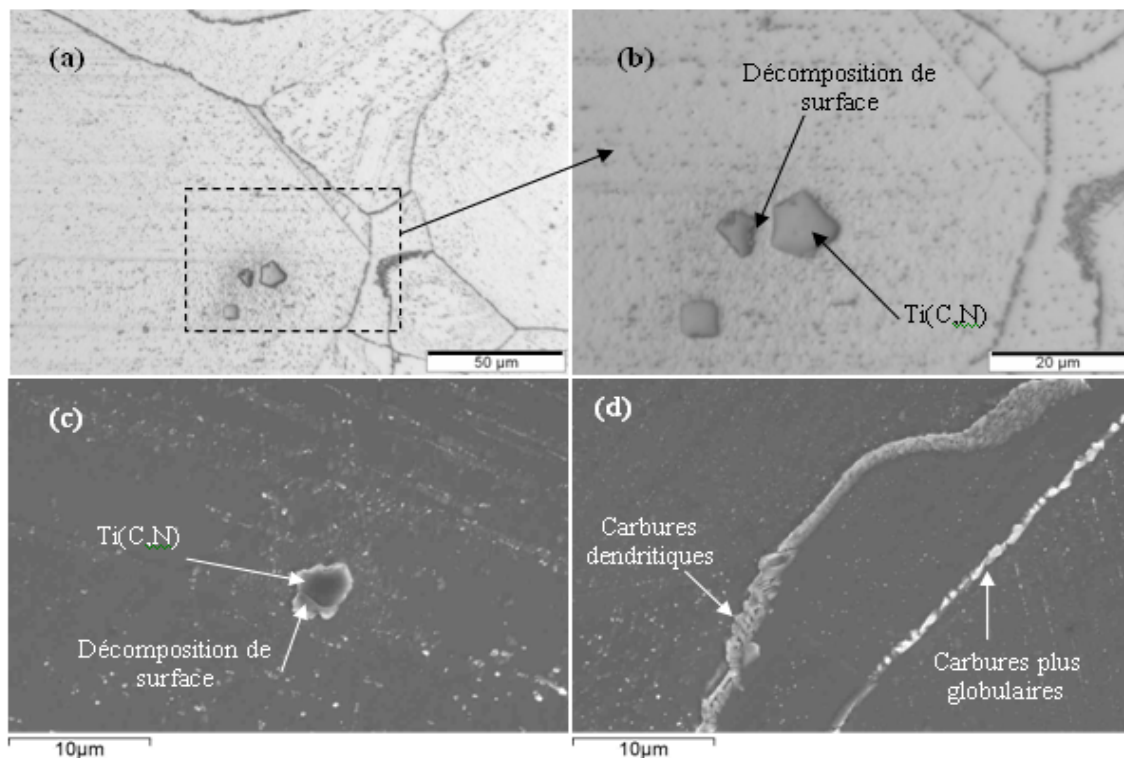


Figure III-10 : Micrographies d'un échantillon d'Inconel 617 vieilli 1000 h à 850°C sous air en coupe transversale : (a) et (b) Microstructure intra et intergranulaire (MO), (c) Microstructure intragranulaire (MEB SE), (d) Précipitation intergranulaire (MEB SE).

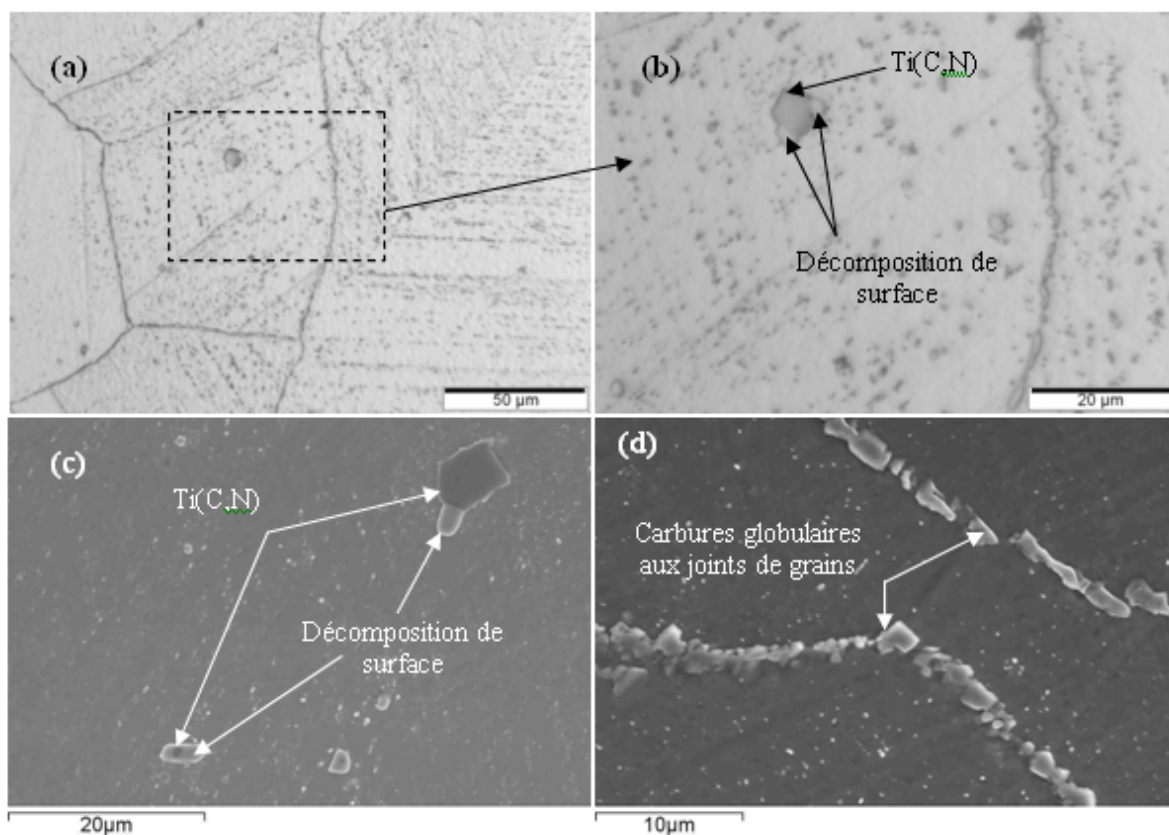


Figure III-11 : Micrographies d'un échantillon d'Inconel 617 vieilli 5000 h à 850°C sous air en coupe transversale : (a) et (b) Microstructure intra et intergranulaire (MO), (c) Microstructure intragranulaire (MEB SE), (d) Précipitation intergranulaire (MEB SE).



La diminution du nombre et l'augmentation de la taille des carbures intragranulaires suivant les lignes de glissement s'accroissent après 1000 h de vieillissement à 850°C (Figure III-10 (a) et (b)). La décomposition de surface des Ti(C,N) est assez importante pour être visible à l'échelle de la microscopie optique (Figure III-10 (b) et (c)). Au niveau intergranulaire, la morphologie des carbures dépend fortement du rayon de courbure du joint après 1000 h à 850°C. En effet, la Figure III-10 (d) montre des précipités dendritiques dans les joints à faible rayon de courbure et dont l'épaisseur perpendiculairement au plan du joint est faible. Pour les joints à fort rayon de courbure, les carbures commencent à prendre une morphologie beaucoup plus globulaire.

Les phénomènes observés après 1000 h se poursuivent après 5000 h de vieillissement (Figure III-11). La seule différence significative est la généralisation de la morphologie globulaire des carbures à l'ensemble des joints de grains (Figure III-11 (d)).

### III.2.1.2. Evolution de la microstructure à 950°C

Dès 1 h de vieillissement à 950°C, la précipitation intragranulaire et intergranulaire de l'alliage 617 est très différente en comparaison d'un traitement de même durée à 850°C. Au niveau intragranulaire, des carbures de type  $M_{23}C_6$  riches en chrome sont présents suivant les lignes de glissement mais leur nombre est limité et leur taille beaucoup plus importante qu'à 850°C (Figure III-12 (a) et (b)). La morphologie de ces précipités est généralement globulaire (Figure III-12 (b)) mais certains se présentent sous forme de bâtonnets (Figure III-12 (c)). Les carbures Ti(C,N) apparaissent comme une source de carbone pour la précipitation des carbures secondaires suivant les lignes de glissement car les  $M_{23}C_6$  riches en chrome sont en nombre plus important et de taille plus fine à proximité des carbures primaires. Cette précipitation importante autour d'un Ti(C,N) est visible sur la Figure III-12 (b).

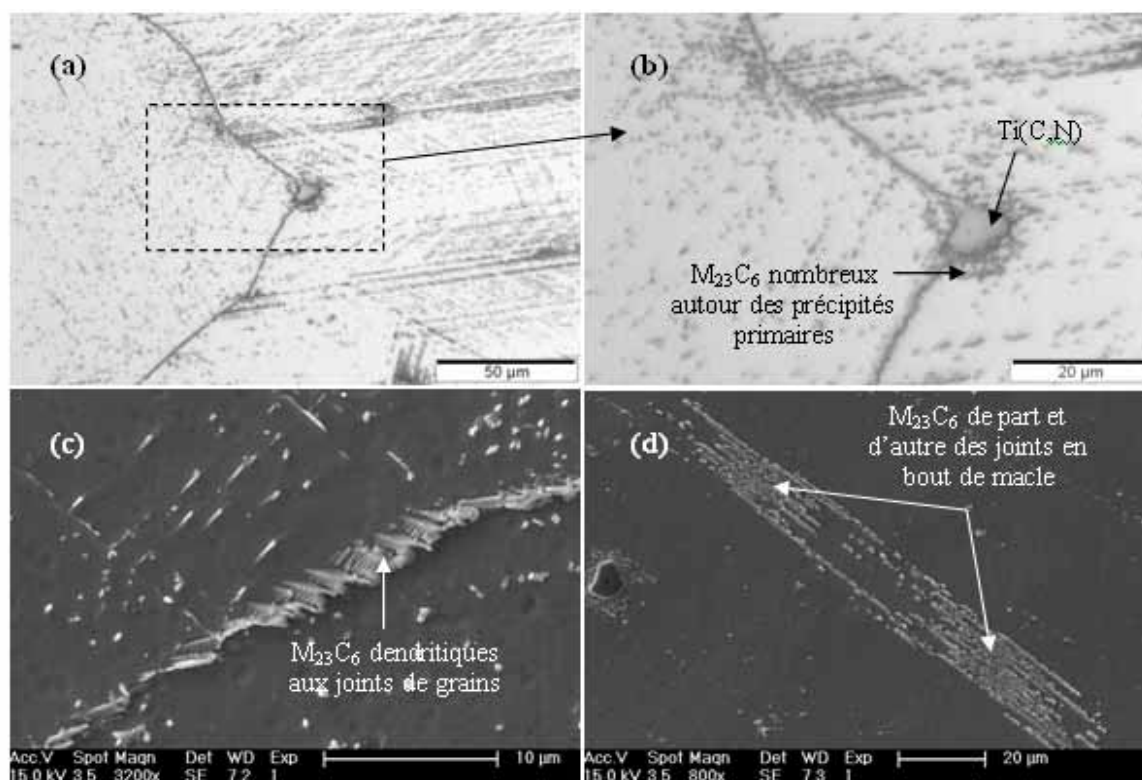


Figure III-12 : Micrographies d'un échantillon d'Inconel 617 vieilli 1 h à 950°C sous air en coupe transversale : (a) et (b) Microstructure intra et intergranulaire (MO), (c) Précipitation intergranulaire (MEB SE), (d) Précipitation de part et d'autre des joints en bout de macle (MEB SE).

La différence de microstructure la plus flagrante entre un vieillissement thermique de 1 h à 950°C et à 850°C se situe au niveau des bouts de macle. En effet, de longs précipités apparaissent de part et d'autre du bout de macle à 950°C et orientés suivant la direction du joint de macle (Figure III-12 (d)). La nature de ces précipités est discutée en Annexe 9. Au niveau intergranulaire, les carbures  $M_{23}C_6$  présentent une morphologie dendritique identique à celle observée pour un vieillissement de 1 h à 850°C. Cependant, la précipitation est beaucoup plus avancée du fait de la différence de température comme le montre la Figure III-12 (b). La Figure III-12 (c) indique également que l'orientation des dendrites intergranulaires dépend fortement de l'orientation des grains adjacents. L'orientation des dendrites de  $M_{23}C_6$  est différente au niveau de la macle qu'au contact du reste du grain. Pour les joints de macle eux-mêmes, ces derniers ne contiennent que quelques précipités espacés et de faible épaisseur.

Le traitement de 10 h permet de réduire le nombre et d'augmenter la taille des précipités  $M_{23}C_6$  suivant les lignes de glissement de manière homogène entre le cœur et la périphérie des grains comme le montrent les Figures III-13 (a) et (b). La dissolution des carbures  $M_{23}C_6$  situés de part et d'autre des bouts de macle commence à apparaître à proximité du joint en bout de macle (Figure III-13 (c)). Peu de modifications sont réellement observables entre 1 h et 10 h à 950°C au niveau de la microstructure dendritique des  $M_{23}C_6$  aux joints de grains.

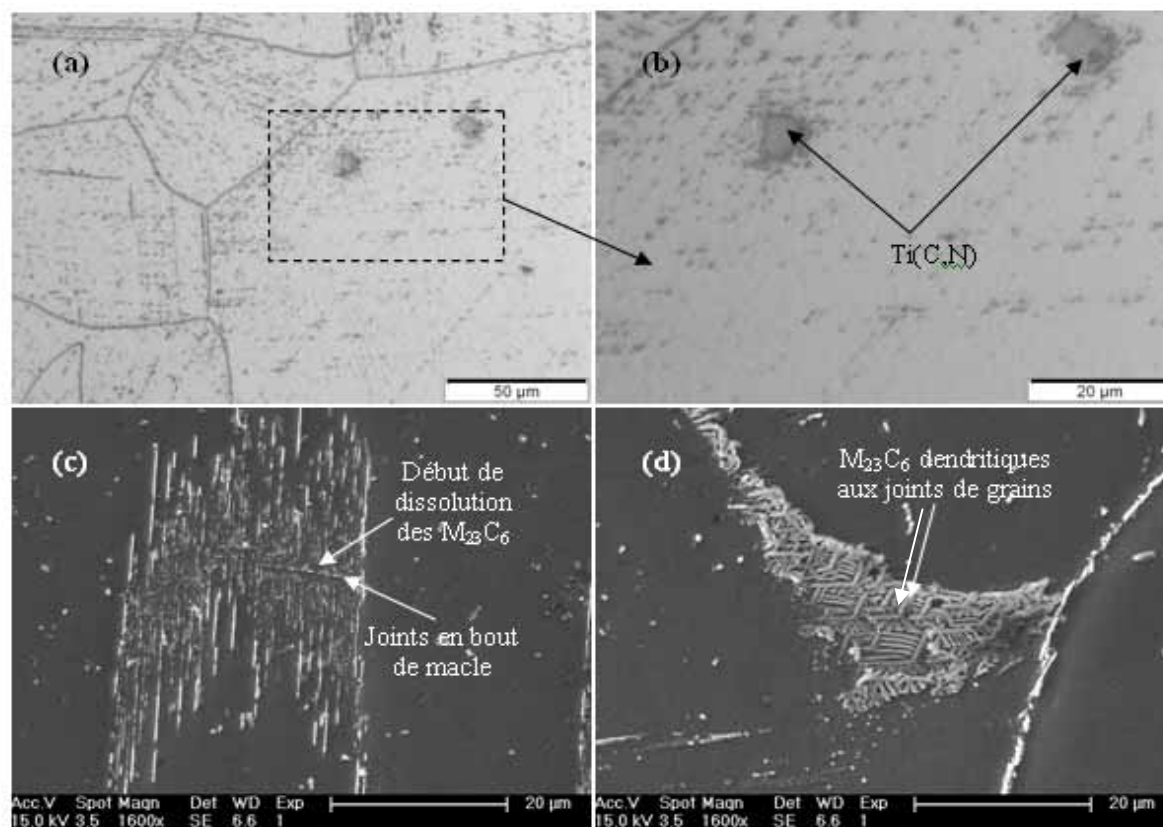


Figure III-13 : Micrographies d'un échantillon d'Inconel 617 vieilli 10 h à 950°C sous air en coupe transversale : (a) et (b) Microstructure intra et intergranulaire (MO), (c) Précipitation de part et d'autre des joints en bout de macle (MEB SE), (d) Précipitation intergranulaire (MEB SE).

Un vieillissement thermique de 100 h à 950°C ne modifie pas la répartition et la taille des carbures  $M_{23}C_6$  situés au cœur des grains (Figures III-14 (a) et (b)). Cependant, la coalescence de ces carbures est plus marquée à proximité des joints de grains. Les précipités primaires  $Ti(C,N)$  continuent à se dissoudre et à former des précipités secondaires de petite

taille visibles sur les Figures III-14 (b) et (c). La décomposition de surface des Ti(C,N) commence également à être observable à l'échelle de la microstructure électronique à balayage (Figure III-14 (c)). La nature de cette décomposition sera discutée en Annexe 9. La Figure III-14 (c) montre également que les précipités situés dans les joints en bout de macle et dans les joints de macle ont une taille beaucoup plus importante qu'à 850°C. Concernant la microstructure particulière rencontrée en bouts de macle pour les vieillissements de plus faible durée, la dissolution des carbures répartis de part et d'autre du bout de macle et parallèles aux joints de macles s'est étendue. Seuls subsistent de rares carbures de type  $M_{23}C_6$  de petite taille à proximité du joint en bout de macle et les précipités les plus éloignés commencent également à se disloquer (Figure III-14 (d)). Au niveau intergranulaire, les précipités sont devenus compacts et remplissent l'intégralité des joints de grains du matériau.

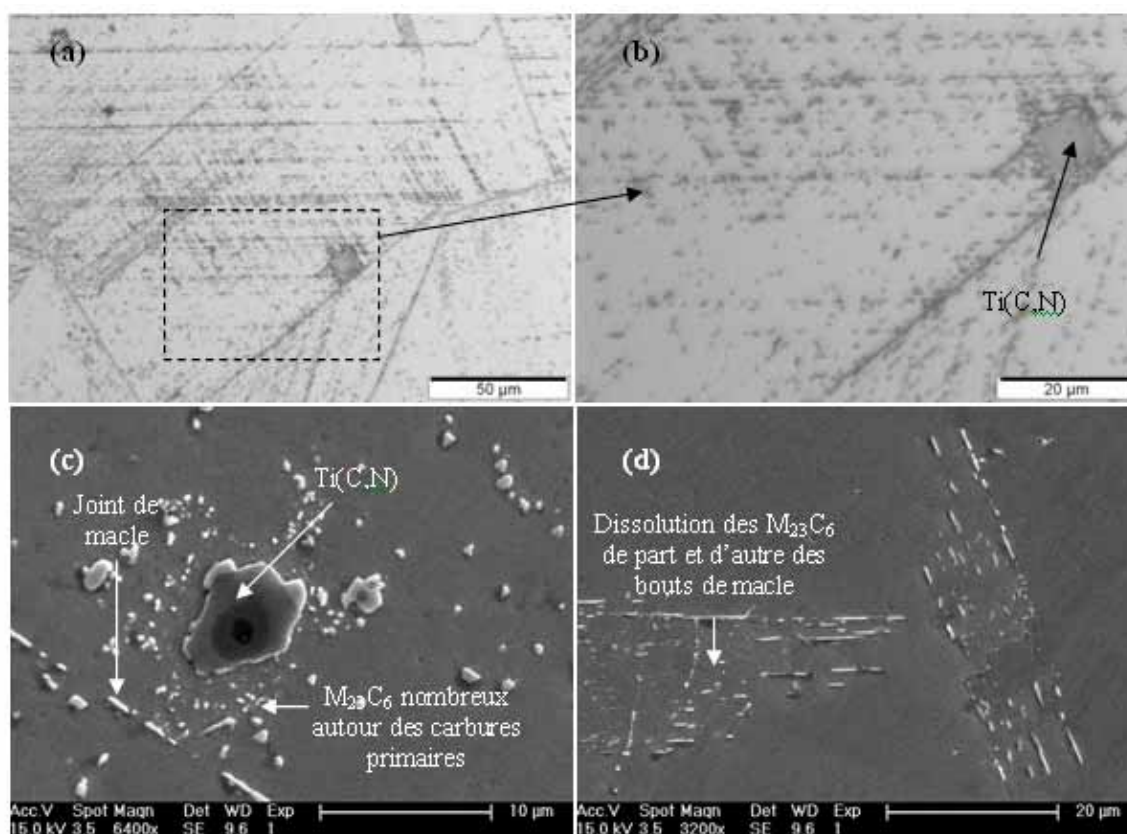


Figure III-14 : Micrographies d'un échantillon d'Inconel 617 vieilli 100 h à 950°C sous air en coupe transversale : (a) et (b) Microstructure intragranulaire (MO), (c) Forte précipitation de  $M_{23}C_6$  autour d'un Ti(C,N) (SE), (d) Précipitation de part et d'autre des joints en bout de macle (MEB SE).

Après 1000 h de vieillissement, l'évolution la plus marquante est la disparition de la majorité des précipités  $M_{23}C_6$  riches en Cr présents sur les lignes de glissement tout comme ceux situés à proximité des Ti(C,N). Seuls subsistent quelques carbures secondaires au cœur des grains comme le montrent les Figures III-15 (a) et (b). Les précipités  $M_{23}C_6$  qui se trouvaient de part et d'autre des bouts de macle se sont totalement dissous comme le montrent les Figures III-15 (c) et (d). De rares précipités de type  $M_{23}C_6$  riches en Cr persistent aux joints de macle et se présentent sous forme de petites plaques dans le plan des joints. Ces plaques sont plus longues et leur épaisseur est plus importante qu'après 100 h à cette température (Figure III-15 (c) et (d)). Par contre les carbures restent continus dans les joints en bout de macle. Au niveau intergranulaire, les carbures ne sont plus aussi continus. Ils commencent à prendre une forme globulaire visible sur la Figure III-15 (d).



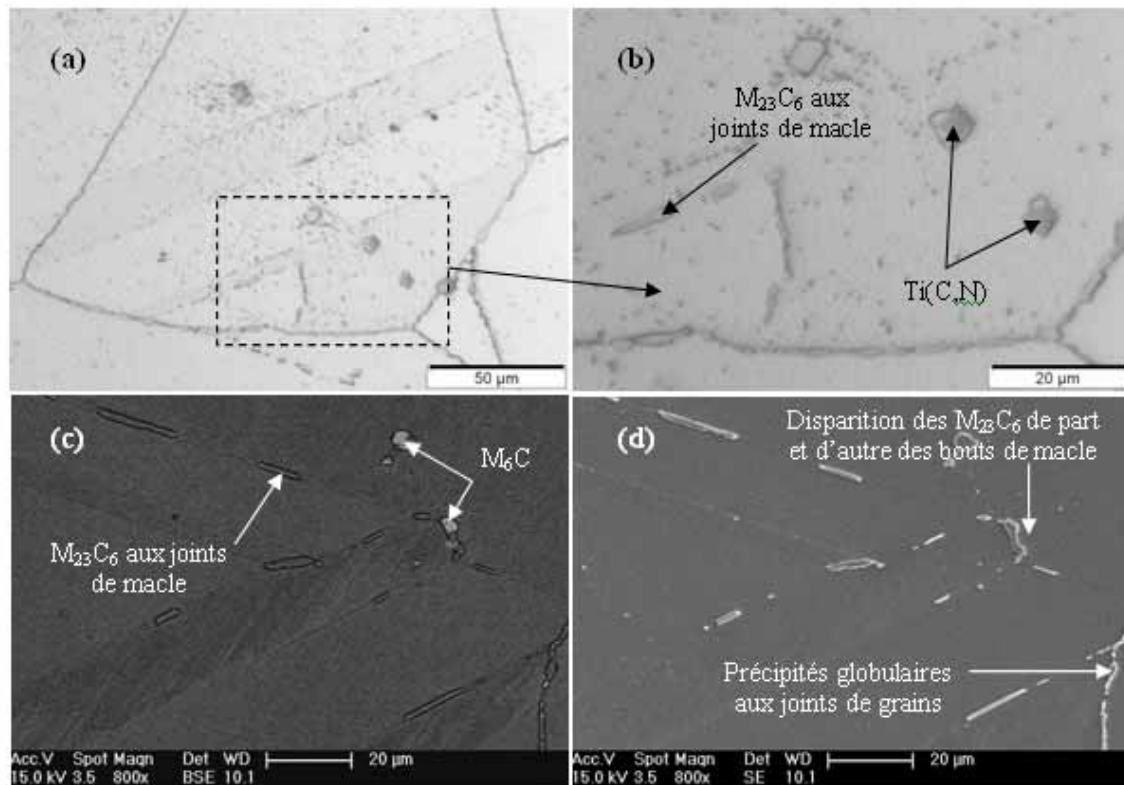


Figure III-15 : Micrographies d'un échantillon d'Inconel 617 vieilli 1000 h à 950°C sous air en coupe transversale : (a) et (b) Microstructure intra et intergranulaire (MO), (c) et (d) Précipitation importante aux joints de macle (MEB BSE).

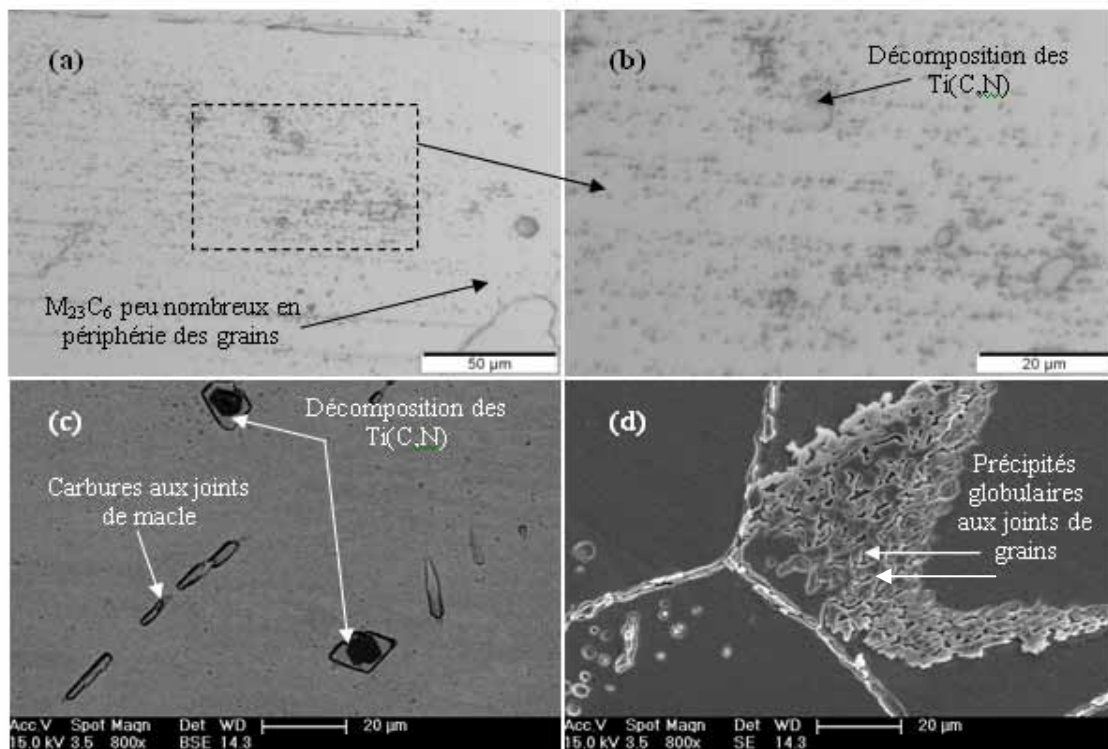


Figure III-16 : Micrographies d'un échantillon d'Inconel 617 vieilli 5000 h à 950°C sous air en coupe transversale : (a) et (b) Microstructure intragranulaire (MO), (c) Décomposition de  $Ti(C,N)$  en  $M_{23}C_6$  (MEB BSE), (d) Précipitation globulaire aux joints de grains (MEB SE).



Un vieillissement de 5000 h à 950°C ne permet pas de faire disparaître la totalité des carbures secondaires intragranulaires (Figures III-16 (a) et (b)). La décomposition des carbures primaires Ti(C,N) se poursuit tout comme l'épaississement des carbures aux joints de macles (Figure III-16 (c)). Pour les carbures intergranulaires, leur morphologie a évolué vers une forme plus globulaire, la morphologie dendritique ayant totalement disparue (Figure III-16 (d)).

### III.2.2. Haynes 230

#### III.2.2.1. Evolution de la microstructure à 850°C

Après 1 h de vieillissement à 850°C, les grains sont marqués par l'apparition des lignes de glissement au cœur des grains preuve de la présence de carbures comme pour l'Inconel 617 (Figure III-17 (a)). Cependant, ces carbures ne sont pas visibles à l'échelle de la microscopie électronique à balayage. Il apparaît également que les lignes sont moins marquées à l'intérieur des grains de petite taille qu'à l'intérieur des grains de grande taille comme le montre la Figure III-17 (a). Les carbures secondaires sont donc moins nombreux à l'intérieur des petits grains qu'à l'intérieur des grains de grande taille. Concernant les carbures primaires de type  $M_6C$  aucune évolution n'est observable en comparaison de l'état de réception (Figures III-17 (b) et (c)) et aucun carbure n'est visible dans les joints de macles à l'échelle du MEB. Au niveau intergranulaire, des carbures  $M_{23}C_6$  ont précipité dans le plan du joint avec une morphologie dendritique de manière similaire à l'Inconel 617. Cependant, la précipitation intergranulaire se développe également perpendiculairement au plan des joints de manière plus ou moins importante. Ces précipités sont de morphologie lamellaire et sont visibles sur la Figure III-17 (d).

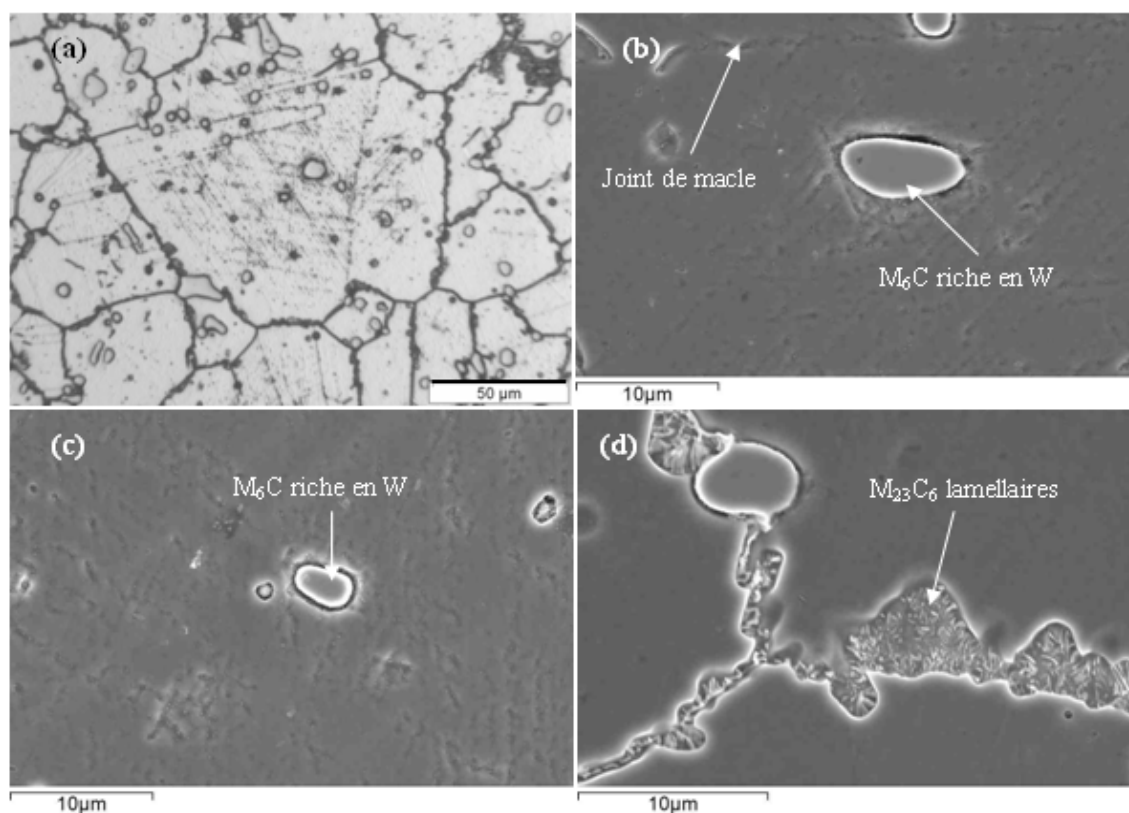


Figure III-17 : Micrographies d'un échantillon de Haynes 230 vieilli 1 h à 850°C sous air en coupe transversale : (a) Microstructure intra et intergranulaire (MO), Microstructure intragranulaire d'un grain de petite taille (b) et d'un grain de taille importante (c) (MEB SE), (d) Précipitation intergranulaire (MEB SE).

Les micrographies optiques de l'échantillon vieilli 10 h montrent la disparition d'un grand nombre de carbures situés suivant les lignes de glissement (Figure III-18 (a)). En microscopie électronique à balayage, les précipités intragranulaires situés sur ces lignes sont moins nombreux à l'intérieur des grains sauf à proximité des carbures primaires comme le montre la Figure III-18 (b). Cette figure montre également la décomposition de surface des précipités  $M_6C$  riches en W. Au niveau de la précipitation intergranulaire, le vieillissement de 10 h a permis un épaississement des carbures  $M_{23}C_6$  lamellaires situés perpendiculairement aux joints de grains et des carbures dans le plan des joints (Figures III-18 (b) et (c)). Ce type de précipités correspond aux carbures intergranulaires lamellaires observés par TAWANCY [TAWANCY 92]. Les Figures III-18 (b) et (c) montrent également que lorsque les carbures intergranulaires précipitent perpendiculairement au plan du joint, ce type de précipitation ne se produit jamais de part et d'autre du joint de grain mais toujours vers un seul grain à un endroit donné. Ce constat semble donc en accord avec la théorie de TAWANCY [TAWANCY 92] expliquant que cette morphologie de carbure a pour origine une migration de joint de grain. Cependant, du fait d'une grande différence d'orientation des lamelles, la morphologie dentelée en forme d'éventail visible sur la Figure III-18 (d) montre que la croissance de ces précipités  $M_{23}C_6$  n'est pas la conséquence d'une migration de joint de grains, mais plutôt que la croissance des précipités est à l'origine de cette migration.

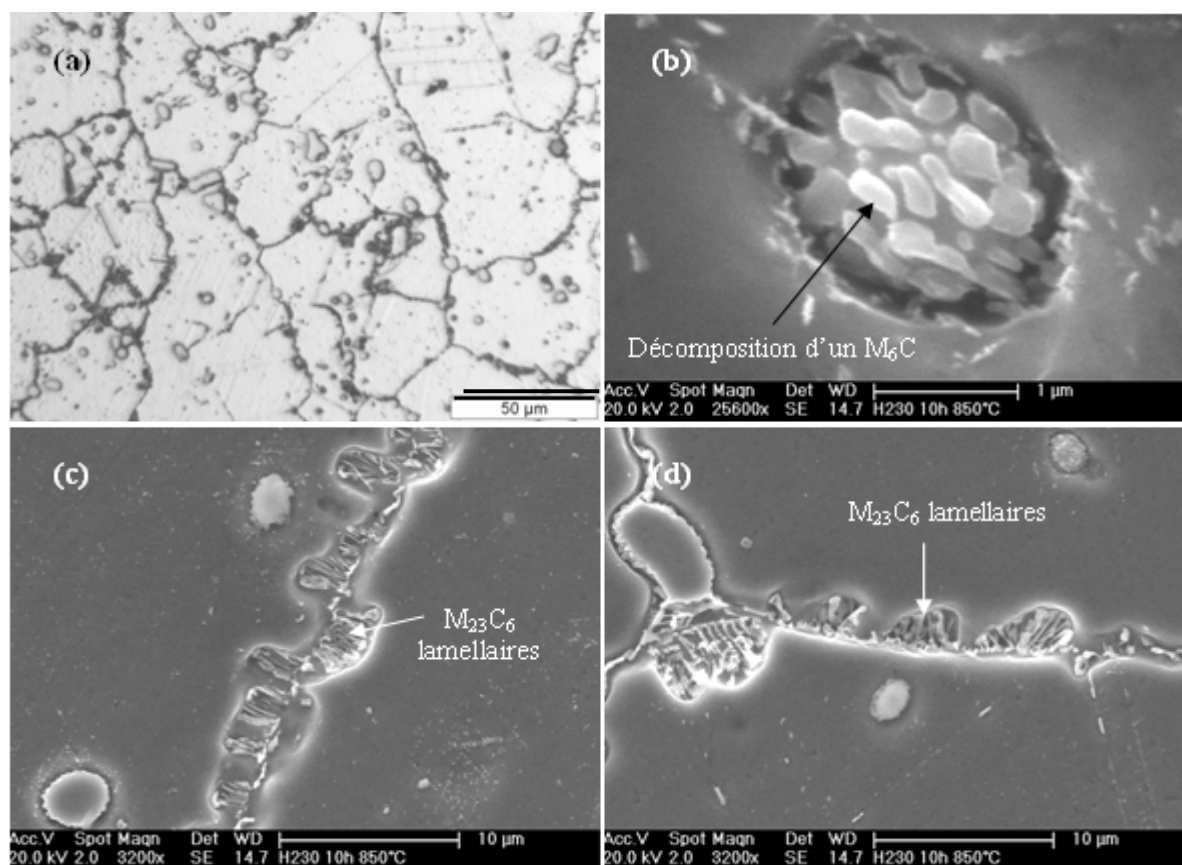


Figure III-18 : Micrographies d'un échantillon de Haynes 230 vieilli 10 h à 850°C sous air en coupe transversale : (a) Microstructure intra et intergranulaire (MO), (b) Décomposition des  $M_6C$  (MEB SE), (c) et (d) Précipitation intergranulaire (MEB SE).

Les carbures situés sur les lignes de glissement à l'intérieur des grains ont pratiquement tous disparu après 100 h de vieillissement comme le montre la Figure III-19 (a). Seuls subsistent les petits précipités localisés à proximité des précipités de type  $M_6C$  (Figure III-19 (a)). La décomposition des carbures primaires en  $M_{23}C_6$  s'accroît entraînant la formation de  $M_{23}C_6$  de taille conséquente visible sur la surface des  $M_6C$  (Figure III-19 (b)).

La cinétique de décomposition des carbures riches en W ( $M_6C$ ) en carbures riches en Cr ( $M_{23}C_6$ ) est donc rapide. Une étude détaillée de cette décomposition est présentée en Annexe 10. Les Figures III-19 (b) et (c) montrent également la présence de carbures dans les joints en bout de macle mais pas dans les joints de macle. Cette précipitation s'accompagne d'une croissance de carbures lamellaires de part et d'autre du joint en bout de macle. Ces carbures ressemblent à ceux observés dans le cas de l'Inconel 617 vieilli à 950°C. Les lamelles sont orientées suivant le plan du joint de macle mais la taille de ces précipités est beaucoup plus réduite. Au niveau intergranulaire, la formation de carbures lamellaires perpendiculairement au plan de joint se généralise à l'ensemble des joints de grains comme le montre la Figure III-19 (a). La taille des carbures lamellaires n'a pas évolué mais des carbures plus globulaires sont apparus à l'extrémité des carbures lamellaires. Ces carbures sont visibles sur la Figure III-19 (c). Concernant les carbures lamellaires eux mêmes, la Figure III-19 (d) montre que leur croissance entraîne la formation de cellules de forme complexe de part et d'autre d'une courbe qui semble être la place initiale du joint de grain (ligne pointillée). La différence de contraste montre que les carbures lamellaires sont entourés de matrice dont l'orientation est similaire à celle du grain situé à l'opposé de la direction de croissance des carbures. Ces résultats confirment l'hypothèse suivant laquelle la croissance de ce type de carbures entraîne la migration des joints de grains et non l'inverse.

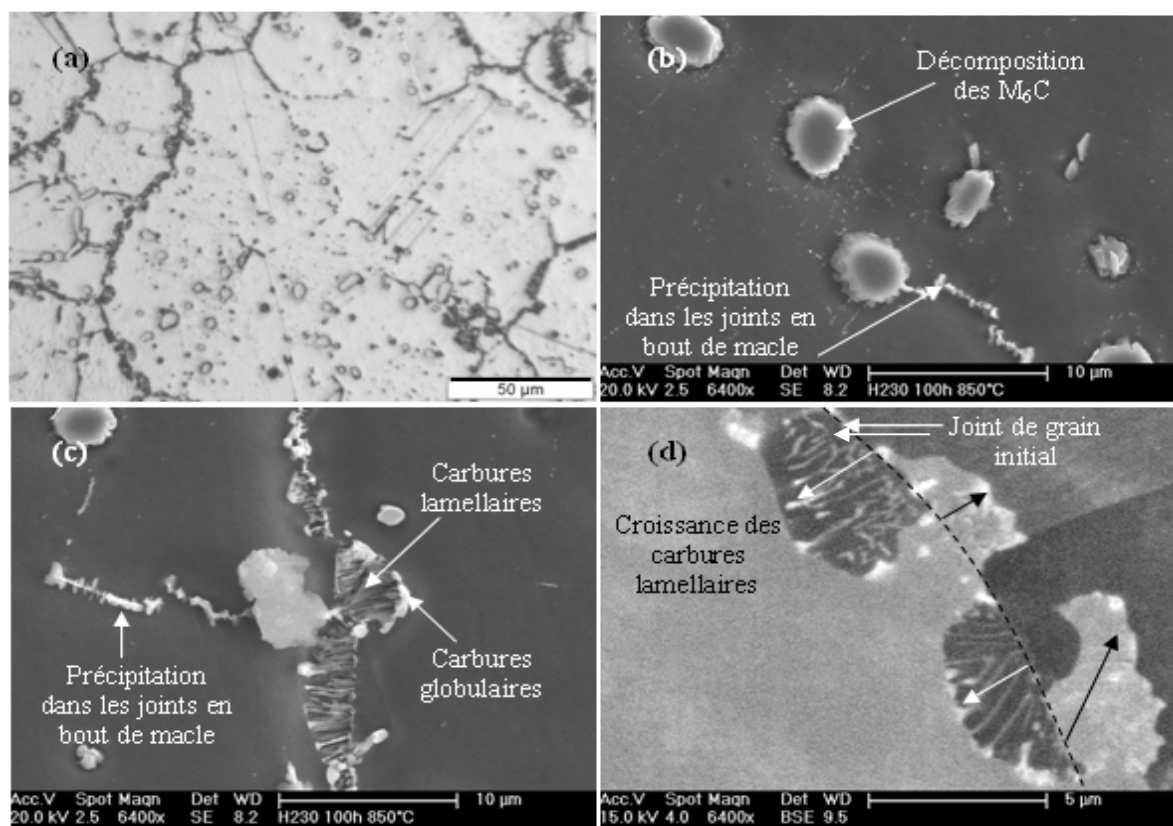


Figure III-19 : Micrographies d'un échantillon de Haynes 230 vieilli 100 h à 850°C sous air en coupe transversale : (a) Microstructure intra et intergranulaire (MO), (b) Décomposition des  $M_6C$  (MEB SE), (c) Précipitation intergranulaire et aux joints en bout de macle (MEB SE), (d) Précipitation intergranulaire (MEB BSE).

La majorité des carbures lamellaires présents au niveau des joints de grains ont disparu après un vieillissement thermique de 1000 h à 850°C (Figure III-20 (a)). Seules de rares zones présentent encore des carbures lamellaires de taille importante. L'une d'elle est visible sur la Figure III-20 (b). Les autres joints de grains ne présentent qu'une forme ondulée sans carbures

lamellaires. Des carbures en forme de bâtonnets apparaissent à l'intérieur des grains. En se référant à l'orientation des petits carbures  $M_{23}C_6$  présents autour des carbures primaires  $M_6C$ , il apparaît que la plus grande dimension des précipités en forme de bâtonnets est alignée suivant les lignes de glissement comme le montre la Figure III-20 (c). Cette micrographie montre également que des carbures de petite taille sont présents sur les lignes de glissement. Concernant les précipités primaires, leur décomposition en carbures de type  $M_{23}C_6$  s'est poursuivie avec en périphérie des carbures primaires des précipités de taille beaucoup plus importante (Figure III-20 (c)). L'image en mode électrons rétrodiffusés présentée sur la Figure III-20 (d) montre que les précipités en surface des carbures primaires semblent de même type que les précipités intergranulaires (contraste identique). Une étude plus poussée de la décomposition des carbures primaires est détaillée en Annexe 10.

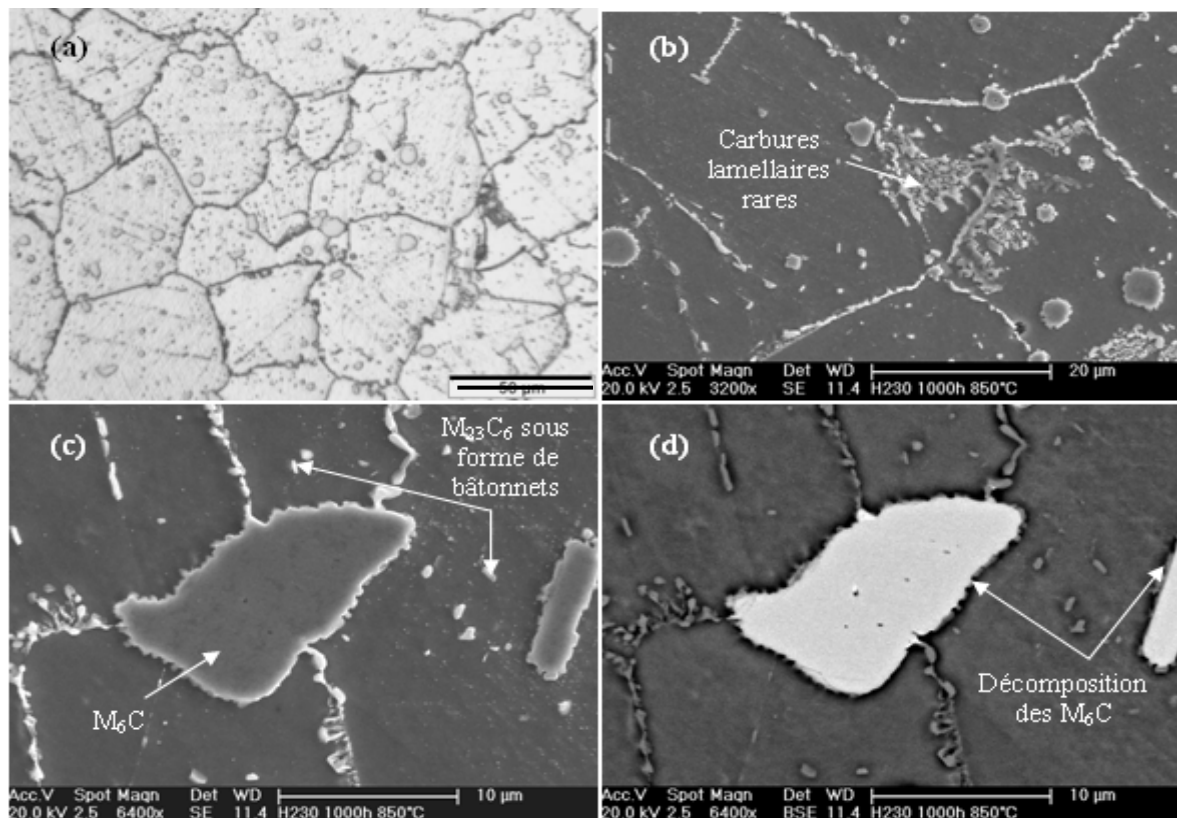


Figure III-20 : Micrographies d'un échantillon de Haynes 230 vieilli 1000 h à 850°C sous air en coupe transversale : (a) Microstructure intra et intergranulaire (MO), Décomposition des  $M_6C$  (MEB SE (b) et MEB BSE (c)), (d) Précipitation intergranulaire (MEB SE).

#### III.2.2.2. Evolution de la microstructure à 950°C

Un traitement thermique de 1 h à 950°C permet la précipitation des carbures de type  $M_{23}C_6$  intragranulaires (Figure III-21 (a)). Les micrographies MEB montrent que les grains de grande taille (Figure III-21 (b)) comme ceux de petite taille (Figure III-21 (c)) présentent ce type de carbure. Il est cependant difficile de distinguer l'alignement de ces carbures suivant les lignes de glissements. La Figure III-21 (d) montre également que ces carbures sont présents en périphérie des grains, ce qui n'était pas le cas à 850°C. Concernant les carbures primaires, les Figures III-21 (b) et (c) montrent la décomposition de surface des  $M_6C$  en  $M_{23}C_6$  non visible à 850°C. Elle est accompagnée par la formation de carbures secondaires dans la matrice autour des  $M_6C$ . Pour les macles, des carbures secondaires tapissent entièrement les joints situés en bouts de macle visibles sur la Figure III-21 (b). Au niveau intergranulaire, l'ensemble des joints de grains est le siège d'une précipitation quasi continue

de carbures dans le plan des joints. La nature des carbures intergranulaires sera discutée dans le paragraphe III.2.3.3.2. A de rares endroits, des carbures  $M_{23}C_6$  lamellaires sont visibles en dehors du plan des joints de grain comme le montre la Figure III-21 (d). Ils sont composés de lamelles assez fines dont l'extrémité située à l'intérieur du grain est terminée par un carbure plat en forme de tête de clou.

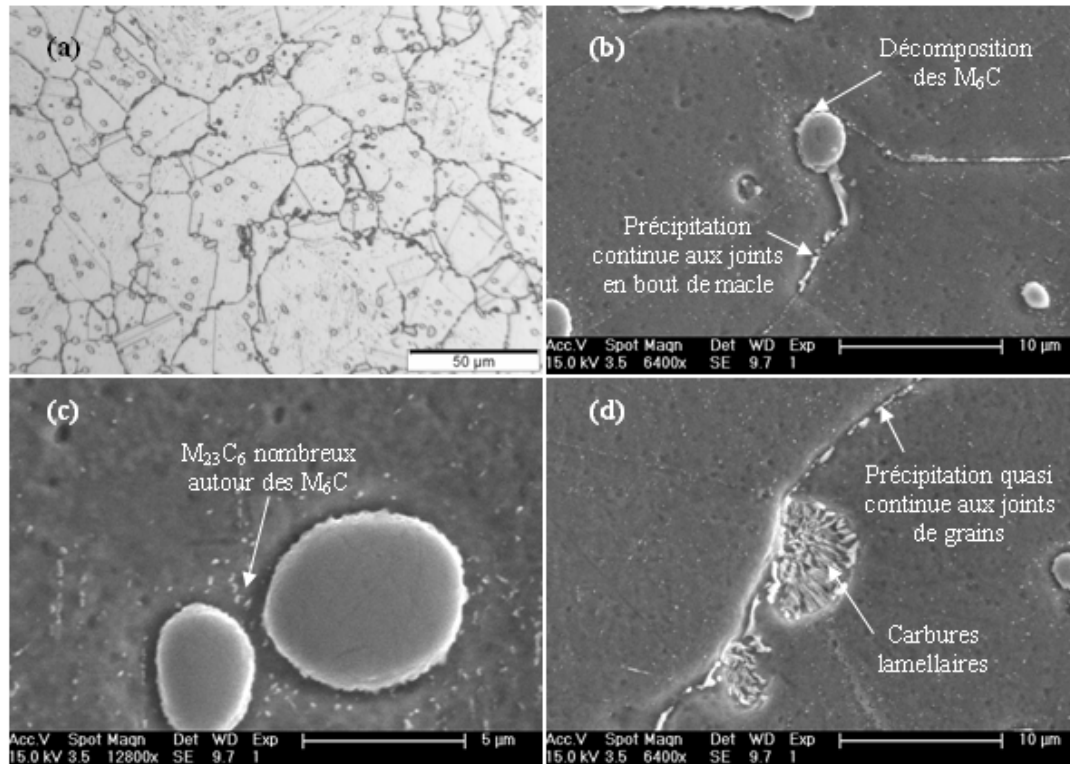


Figure III-21 : Micrographies d'un échantillon de Haynes 230 vieilli 1 h à 950°C sous air en coupe transversale : (a) Microstructure intra et intergranulaire (MO), (b) et (c) Décomposition des  $M_6C$  (MEB SE), (d) Précipitation intergranulaire (MEB SE).

Un vieillissement de 10 h à 950°C permet une augmentation importante des carbures secondaires intragranulaires. Ces précipités sont visibles à faible grossissement en microscopie optique (Figure III-22 (a)). De manière générale, le nombre de carbures suivant les lignes de glissement a diminué alors que leur taille a augmenté. La morphologie des carbures primaires a été fortement modifiée par les 10 h de vieillissement. Alors que les carbures  $M_6C$  intragranulaires n'ont pas évolué par rapport à 1 h de vieillissement, la morphologie et la taille de certains  $M_6C$  situés aux joints de grains suggèrent une coalescence du fait de la température (Figure III-22 (b)). La cinétique du processus de coalescence semble suffisamment rapide pour être observable à 950°C par rapport à 850°C. En ce qui concerne la précipitation dans les joints en bout de macle, au lieu de remplir entièrement les joints en bout de macle, les carbures se sont morcelés pour former des plaquettes dont la plus grande dimension est parallèle aux joints de macle adjacents (Figures III-22 (c) et (d)). Cette morphologie rappelle celle observée après un vieillissement de 100 h à 850°C dont l'épaisseur des plaquettes est plus importante. Au niveau intergranulaire, les carbures aux joints de grains commencent à se disloquer et prennent une forme plus globulaire visible sur les Figures III-22 (b) et (d). Les carbures lamellaires qui apparaissaient sur certains joints de grains commencent à disparaître comme le montre la Figure III-22 (d). Les zones présentant des carbures lamellaires perpendiculairement au plan du joint restent rares après 10 h de traitement à 950°C (Figure III-22 (a)) alors qu'elles se généralisaient à 850°C (Figure III-18 (a)).

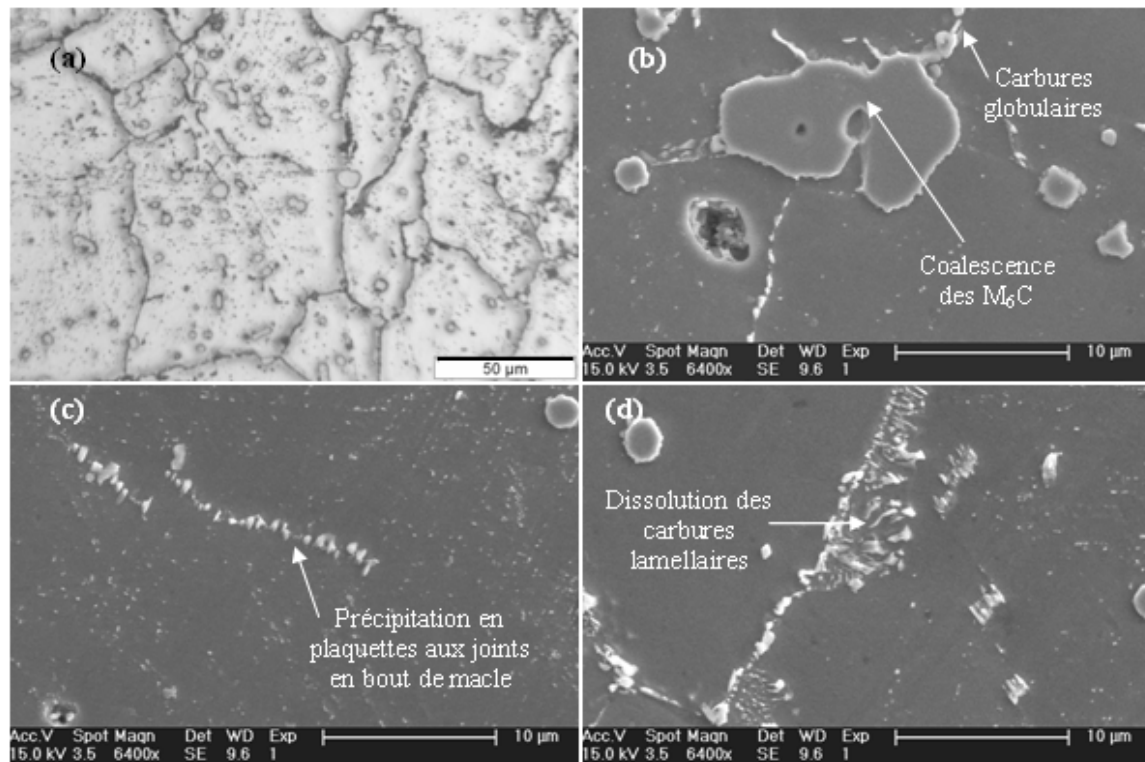


Figure III-22 : Micrographies d'un échantillon de Haynes 230 vieilli 10 h à 950°C sous air en coupe transversale : (a) Microstructure intra et intergranulaire (MO), (b) Coalescence des  $M_6C$  (MEB SE), (c) Précipitation aux joints en bout de macle (MEB SE), (d) Précipitation intergranulaire (MEB SE).

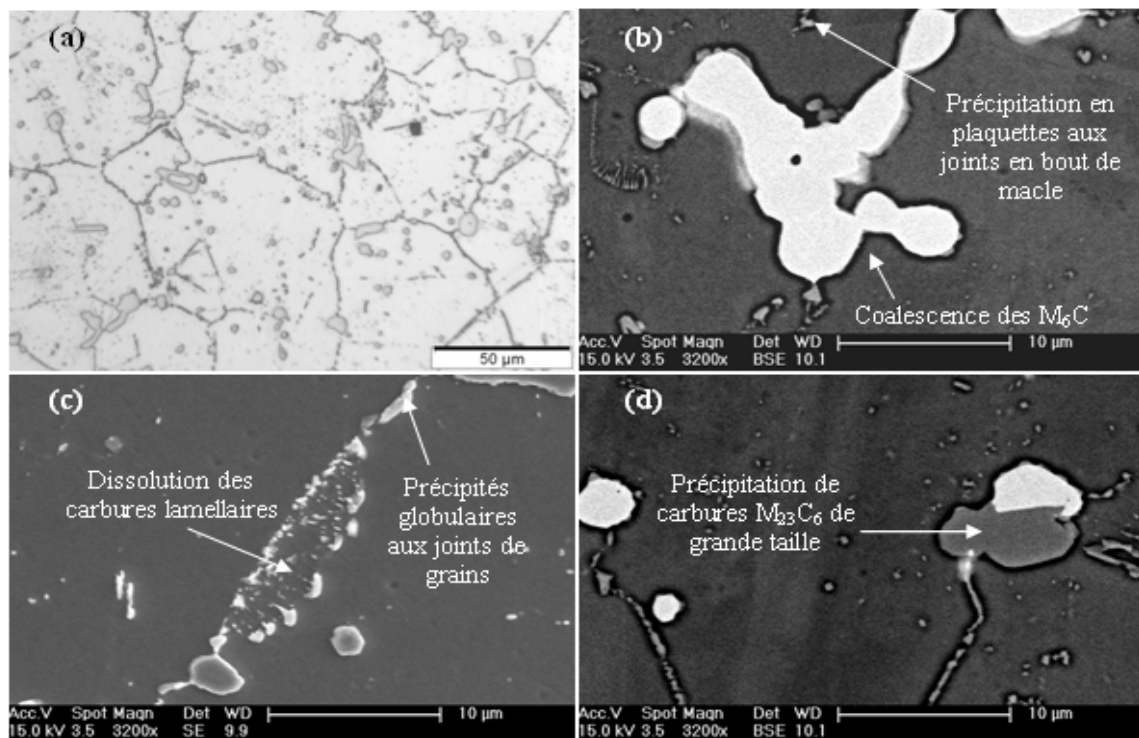


Figure III-23 : Micrographies d'un échantillon de Haynes 230 vieilli 100 h à 950°C sous air en coupe transversale : (a) Microstructure intra et intergranulaire (MO), (b) Coalescence des  $M_6C$  (MEB BSE), Précipitation intergranulaire ((c) MEB SE et (d) MEB BSE).



Après 100 h de vieillissement thermique à 950°C, la taille des carbures  $M_{23}C_6$  riches en chrome situés sur les lignes de glissement a augmenté et leur nombre a fortement diminué (Figure III-23 (a)). Au niveau des carbures primaires, la coalescence des carbures de type  $M_6C$  se poursuit, conduisant à la formation d'amas de grande taille dont l'un d'eux est visible sur la Figure III-23 (b). Cette coalescence n'est observable qu'aux joints de grains. Concernant les précipités intergranulaires, la décomposition des carbures de morphologie lamellaire aux joints de grains se poursuit. Les lamelles ont laissé place à des alignements de petits carbures visibles sur la Figure III-23 (c). Les carbures situés dans le plan du joint de grains et ceux situés à l'extrémité des lamelles à l'intérieur du grain ont subi une augmentation de taille et leur morphologie est devenue globulaire (Figure III-23 (c)). La morphologie des carbures présents dans les joints de grains devient de plus en plus globulaire avec la durée de vieillissement. Au niveau de certains joints de grains, des carbures de grande taille commencent à apparaître comme le montre la Figure III-23 (d). Ils sont en nombre limité et sont principalement localisés à côté de  $M_6C$  riches en W situés aux joints de grains.

Après 1000 h de vieillissement thermique à 950°C, les carbures intragranulaires suivant les lignes de glissement ont pratiquement tous disparus (Figure III-24 (a)). Seuls les carbures primaires subsistent à l'intérieur des grains. Au niveau des macles, les carbures situés dans les joints en bout de macle ont perdu leur forme de plaquette pour une morphologie plus globulaire. Concernant la précipitation intergranulaire, les carbures situés dans le plan des joints se sont morcelés sous la forme de petits carbures globulaires espacés les uns des autres. Une étude détaillée de ces carbures est présentée en Annexe 10.

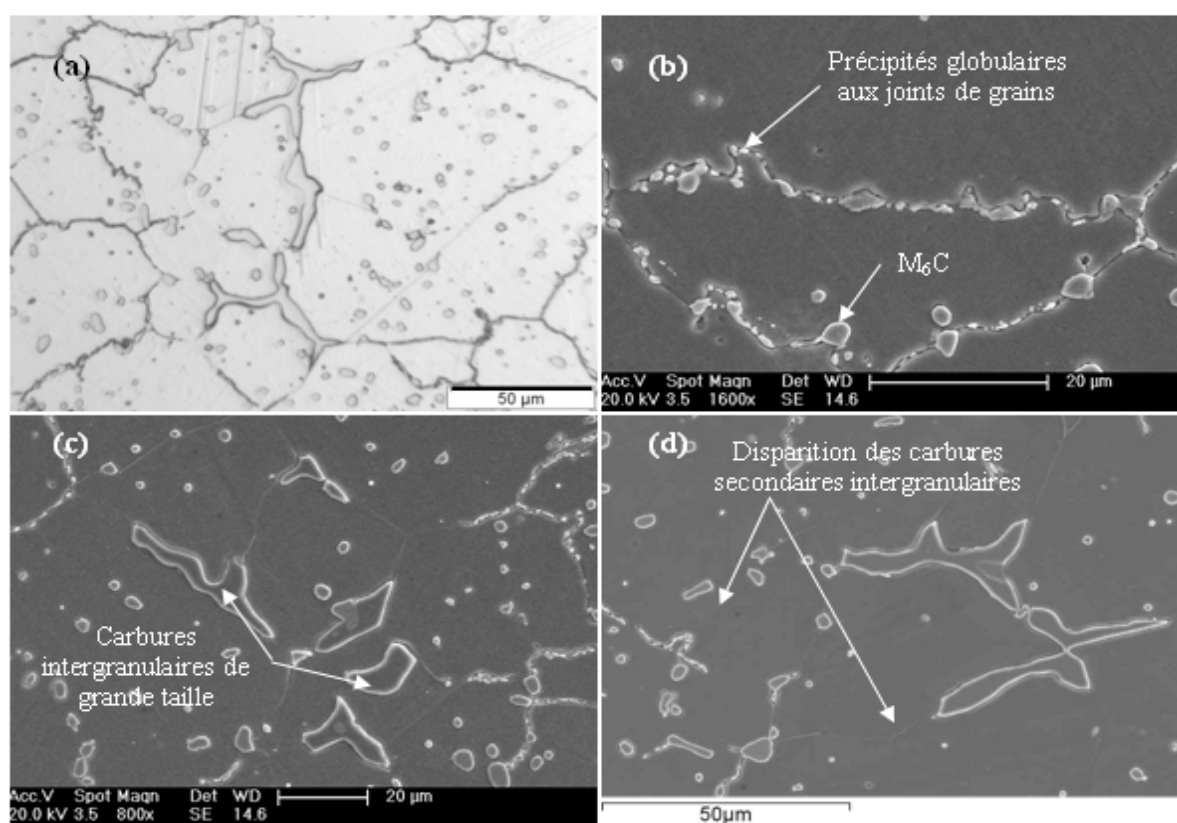


Figure III-24 : Micrographies d'un échantillon de Haynes 230 vieilli 1000 h à 950°C sous air en coupe transversale : (a) Microstructure intra et intergranulaire (MO), (b) Précipitation intergranulaire (MEB SE), (c) et (d) Précipités intergranulaires de grande taille (MEB SE).

L'étude de WU [WU 06] concernant la décomposition de ces carbures primaires qu'il identifie comme étant de type MC en carbures de type  $M_2C$  a été analysée et comparée aux

observations réalisées durant cette étude. Les résultats sont présentés en Annexe 11. Ces carbures côtoient les carbures primaires encore présents aux joints de grains (Figure III-24 (b)). La modification de microstructure la plus remarquable concerne la formation et la croissance de gros carbures intergranulaires très localisés (Figures III-24 (a) et (c)). A certains endroits, l'épaisseur de ces carbures dépasse 5  $\mu\text{m}$ . La Figure III-24 (d) montre également que les joints de grains situés dans le prolongement de ces carbures et la matrice adjacente ne contiennent plus de précipités secondaires. Ces carbures correspondent à l'évolution des carbures intergranulaires de grande taille observés après 100 h de vieillissement. Les précipités primaires ne semblent pas particulièrement affectés par la présence de ces carbures. Une étude détaillée en EDS de ces carbures secondaires de grande taille est présentée en Annexe 10.

### III.2.3. Dureté

Des essais de dureté Vickers (HV 20) ont été réalisés sur l'Inconel 617 et le Haynes 230 après des vieillissements thermiques de différentes durées à 850°C et 950°C afin de les confronter avec les résultats précédents concernant les évolutions microstructurales. Même si la vitesse de refroidissement ne semble pas avoir d'influence sur la dureté des deux matériaux étudiés (cf. III.2.1), les résultats présentés dans cette partie correspondent aux valeurs de dureté des échantillons ayant subi un refroidissement dans le four en fin de traitement thermique par souci d'homogénéité. Seules les valeurs de dureté du Haynes 230 vieilli 1 h à 850°C et 950°C correspondent à la moyenne des valeurs de dureté des échantillons ayant subi les trois types de refroidissement. L'explication de cette procédure sera détaillée dans le paragraphe III.2.3.2. Comme le montre la Figure III-25, le comportement de l'Inconel 617 est sensiblement différent de celui du Haynes 230. Ces essais de dureté sont à mettre en relation avec les évolutions microstructurales étudiées dans les paragraphes précédents.

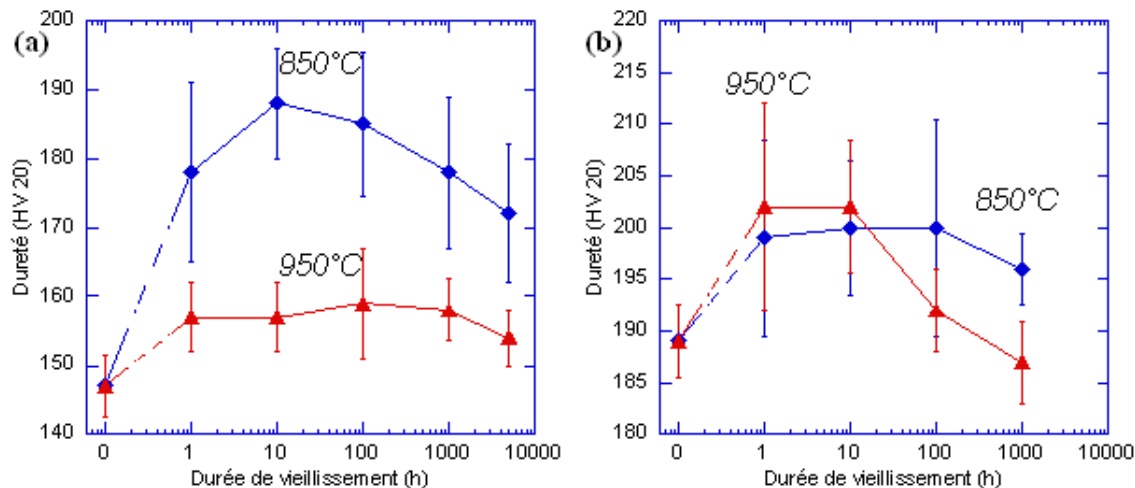


Figure III-25 : Evolution de la dureté de l'Inconel 617 (a) et du Haynes 230 (b) en fonction du temps de vieillissement à 850°C et 950°C (HV 20).

#### III.2.3.1. Inconel 617

Dans le cas de l'Inconel 617, une élévation importante de dureté est observée dès les premières heures de vieillissement à 850°C et atteint une valeur maximale aux alentours de 10 h de traitement, comme le montre la Figure III-25 (a). Cette augmentation est à mettre en relation avec l'apparition des nombreux carbures  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  de petite taille sur les lignes de glissement à l'intérieur des grains. En se référant aux résultats du paragraphe III.2.1.1, ces carbures intragranulaires sont les plus fins et les plus nombreux après 10 h de vieillissement, empêchant ainsi le mouvement des dislocations du fait d'une distance inter précipité faible.



Le nombre des précipités suivant les lignes de glissement se réduit avec l'augmentation de la durée de vieillissement, ceci se traduisant par une diminution importante de la dureté jusqu'à 1000 h. La dureté diminue ensuite plus légèrement entre 1000 h et 5000 h, tout en restant toujours à une valeur supérieure à celle de l'état de réception. Cette faible décroissance, présente également sur les courbes tirées de la littérature (cf. I.1.3.1) indique que la majorité des modifications microstructurales importantes se sont déjà déroulées au sein du matériau. Elle peut être imputée à la modification de morphologie des carbures intergranulaires. En se référant à la littérature, le pic de dureté est localisé approximativement à la même durée de vieillissement que pour l'étude du CCA617 [WU 06] à 800°C. Cependant, la dureté du CCA617 retrouve sa valeur initiale à 1000 h de vieillissement à 800°C. La différence de composition chimique du CCA617 par rapport à l'alliage 617 standard implique une précipitation de phase  $\gamma'$  plus importante dans le cas du CCA617 qui peut expliquer cette différence. Il est important de souligner qu'au cours de la présente étude, aucun précipité de phase  $\gamma'$  n'a jamais été observé.

La Figure III-25 (a) montre également que le pic de dureté présent à 850°C disparaît à 950°C. L'étude microstructurale a montré que les précipités intragranulaires suivant les lignes de glissement sont rares dès 1 h de vieillissement à 950°C. Cette précipitation ainsi que la précipitation intergranulaire et de part et d'autre des joints en bout de macles suffisent cependant à augmenter la dureté par rapport à l'état de réception mais pas à provoquer un pic de dureté comme à 850°C. La dureté se stabilise ensuite jusqu'à 5000 h. En considérant cette valeur de dureté stabilisée, il apparaît que l'écart entre les valeurs de dureté à 850°C et 950°C est important. Ces résultats sont à mettre en relation avec les courbes de dureté dans le cas du CCA617 [WU 06] (cf. I.1.3.1). Pour l'Inconel 617 dont le CCA617 est une version à chimie contrôlée, plus la température de vieillissement est importante, plus faible est la dureté, ainsi que l'amplitude du pic de dureté par rapport à la valeur vers 5000 h de vieillissement.

#### III.2.3.2. Haynes 230

L'étude de l'influence de la vitesse de refroidissement en fin de vieillissement thermique de 1 h à 100 h sur le Haynes 230 a montré que pour certains échantillons, un pic de dureté apparaissait après 1 h de traitement à 850°C et 950°C : l'échantillon ayant subi une trempe à l'eau à 850°C uniquement et les échantillons ayant subi soit une trempe à l'eau, soit un refroidissement lent dans le four de traitement thermique (cf. Annexe 7). Cet écart entre les trois types d'échantillon n'apparaît plus après 10 h de traitement. L'explication la plus probable concernant l'origine de cette différence de valeur de dureté à 1 h de vieillissement provient de la taille des grains de la zone dans laquelle les mesures de dureté ont été effectuées. L'indenteur Vickers sous une charge de 20 kg (HV20) utilisé dans le cadre de cette étude forme une empreinte dont la diagonale est d'environ 400  $\mu\text{m}$  à 500  $\mu\text{m}$  pour les valeurs de dureté obtenues pour le Haynes 230. En se référant à la taille moyenne des grains de la barre de Haynes 230 utilisée (environ 50  $\mu\text{m}$ ) et à celle des grains de plus grande taille (environ 100  $\mu\text{m}$ ), la mesure de dureté prend donc en compte à la fois la présence des carbures intragranulaires et intergranulaires. Dans le paragraphe III.2.2, les observations de la microstructure des échantillons vieillis ont montré qu'après 1 h de traitement aux deux températures d'étude, la densité de carbures intragranulaires suivant les lignes de glissement était plus importante dans les grains de grande taille. Ainsi, les empreintes ont dû être réalisées majoritairement dans des zones à gros grains pour les échantillons montrant une dureté moyenne élevée et prouvant l'influence des carbures intragranulaires. Dès 10 h de vieillissement, les carbures intragranulaires ayant pratiquement tous disparus, la valeur de dureté dans les zones à gros grains et à petits grains reflète alors uniquement la précipitation intergranulaire. Comme pour l'Inconel 617, WU [WU 06] observe bien un pic de dureté très élevé pour de faibles durées de vieillissement entre 700°C et 800°C puis une décroissance

rapide jusqu'à l'obtention d'une valeur stabilisée pour les durées les plus longues (cf. I.1.3.2). L'utilisation de la microdureté (HV1) lui a permis de se focaliser uniquement sur la précipitation intragranulaire. Aucune étude microstructurale n'a cependant été effectuée sur les échantillons de dureté de cette étude pour confirmer ce phénomène. Afin d'homogénéiser les résultats de dureté après 1 h de vieillissement à 850°C et 950°C, les valeurs reportées sur la Figure III-25 (b) correspondent à la moyenne des valeurs obtenues pour les échantillons ayant subi une trempe à l'eau, une trempe à l'air et un refroidissement lent dans le four de traitement.

La Figure III-25 (b) montre que la dureté se stabilise entre 10 h et 100 h de vieillissement à 850°C puis décroît jusqu'à 1000 h. A 950°C, la décroissance est continue de 10 h à 1000 h de traitement. Cette évolution de dureté est à mettre en relation avec l'évolution des carbures intergranulaires. A 850°C, les carbures lamellaires aux joints de grains sont nombreux et de taille importante jusqu'à 100 h mais sont rares après 1000 h. A 950°C, les carbures lamellaires ont déjà commencé à disparaître dès 100 h de vieillissement pour ne plus être visibles après 1000 h. Ce phénomène est accompagné par la modification de la morphologie des carbures dans les joints de grains (carbures de morphologie plus globulaire) et la formation de gros carbures intergranulaires appauvrissant la matrice et les joints de grains adjacents.

### III.2.4. Conclusions sur l'évolution de microstructure des alliages après vieillissements thermiques

#### III.2.4.1. Etat de réception

Un récapitulatif des précipités observés à l'état de réception est présenté dans le Tableau III-1 pour l'Inconel 617 et dans le Tableau III-2 pour le Haynes 230.

Tableau III-1 : Principaux précipités présents dans l'Inconel 617 à l'état de réception.

Phase	Composition moyenne	Structure cristalline	Taille des précipités	Paramètre de maille (Å)
MC	$Ti_{0,85}Mo_{0,15}(C,N)$	cfc	Entre 250 nm et 1 $\mu m$	$a = 4,30 \text{ à } 4,70$
$M_6C$	$Mo_3(Cr,Ni)_3C$	cfc	Entre 400 nm et 6 $\mu m$	$a = 10,85 \text{ à } 11,75$
$M_{23}C_6$	$Cr_{17}Mo_5(Ni,Co)_2C_6$ (intergranulaires) $Cr_{20}(Mo,Co)_1Ni_2C_6$ (intragranulaires)	cfc	entre 500 nm et 1 $\mu m$	$a = 10,48 \text{ à } 10,80$ (1/3 du paramètre de maille de la matrice)

Tableau III-2 : Principaux précipités présents dans le Haynes 230 à l'état de réception.

Phase	Composition moyenne [TAWANCY 92]	Structure cristalline	Taille moyenne des précipités	Paramètre de maille (Å)
$M_6C$	$W_3Ni_3C$	cfc	4 $\mu m$	$a \approx 11,1$
$M_{23}C_6$	$Cr_{21}(W, MO)_2C_6$	cfc	125 nm	$a \approx 10,48 \text{ à } 10,80$ (1/3 du paramètre de maille de la matrice)

Les observations effectuées sur les états de réception des deux alliages sont en accord avec les résultats de la littérature concernant la présence des principaux types de carbures. Seules les espèces plus exotiques de carbures primaires de type MC rencontrées par quelques auteurs n'ont pas été observées, tout comme la présence de phase  $\gamma'$ .

### III.2.4.2. Vieillissements thermiques à 850°C

Un récapitulatif des principales évolutions microstructurales au cours de vieillissements thermiques sans charge à 850°C des deux alliages étudiés en fonction de la durée de traitement est présenté dans le Tableau III-3 pour l'Inconel 617 et le Tableau III-4 pour la Haynes 230. Les évolutions de la dureté y sont également reportées. Les résultats présentés dans les tableaux précédents montrent que la majorité des évolutions microstructurales à 850°C se sont déroulées pendant les 1000 premières heures de vieillissement pour l'Inconel 617 et les 100 premières heures pour la Haynes 230.

Tableau III-3 : Récapitulatif des principales évolutions microstructurales et de l'évolution de dureté associée de l'Inconel 617 au cours de vieillissements thermiques à 850°C.

Durée de vieillissement	Evolutions microstructurales intragranulaires	Evolutions microstructurales intergranulaires	Evolutions de dureté
1 h	Apparition de carbures $M_{23}C_6$ nombreux suivant les lignes de glissement de faible taille au cœur des grains mais légèrement plus importante en périphérie.	- Apparition de carbures secondaires de morphologie dendritique dans le plan des joints de grains, - Apparition de quelques carbures aux joints de macles.	Augmentation de la dureté par rapport à l'état de réception.
10 h	Augmentation de la taille des carbures suivant les lignes de glissement (forme de bâtonnets en périphérie des grains).	Développement de la structure dendritique des $M_{23}C_6$ aux joints de grains.	Maximum de dureté.
100 h	- Augmentation de la taille et diminution du nombre des $M_{23}C_6$ suivant les lignes de glissement, - Décomposition des carbures primaires : $M_6C$ en $M_{23}C_6$ et $Ti(C,N)$ en $M_6C$ et $M_{23}C_6$ (plus importante).	Développement de la structure dendritique des $M_{23}C_6$ aux joints de grains.	Diminution rapide de la dureté.
1000 h	- Augmentation de la taille et diminution du nombre des $M_{23}C_6$ suivant les lignes de glissement, - Décomposition avancée des $Ti(C,N)$ en $M_6C$ et $M_{23}C_6$ .	- Développement de la structure dendritique des $M_{23}C_6$ aux joints de grains de faible rayon de courbure, - Morphologie plus globulaire des carbures aux joints de grains de fort rayon de courbure.	Diminution plus lente de la dureté.
5000 h	Poursuite des évolutions observées au bout de 1000 h	Morphologie presque uniquement globulaire de carbures de type $M_6C$ et $M_{23}C_6$ aux joints de grains.	Diminution très lente de la dureté.

Tableau III-4 : Récapitulatif des principales évolutions microstructurales et de l'évolution de dureté associée du Haynes 230 au cours de vieillissements thermiques à 850°C.

Durée de vieillissement	Evolutions microstructurales intragranulaires	Evolutions microstructurales intergranulaires	Evolutions de dureté
1 h	Apparition de carbures $M_{23}C_6$ de faible taille suivant les lignes de glissement plus nombreux dans les grains de taille importante.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Apparition de carbures secondaires de morphologie dendritique dans le plan des joints de grains,</li> <li>- Apparition de carbures lamellaires perpendiculairement au plan des joints.</li> </ul>	Augmentation de la dureté par rapport à l'état de réception.
10 h	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Disparition d'un grand nombre de carbures suivant les lignes de glissement sauf autour des carbures primaires,</li> <li>- Décomposition de surface des <math>M_6C</math> en <math>M_{23}C_6</math></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Développement de la structure dendritique des <math>M_{23}C_6</math> aux joints de grains.</li> <li>- Epaississement des carbures lamellaires.</li> </ul>	Très légère augmentation de dureté.
100 h	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Disparition quasi totale des carbures suivant les lignes de glissement,</li> <li>- Décomposition des carbures primaires avancée.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Généralisation de la structure lamellaire des <math>M_{23}C_6</math> à l'ensemble des joints de grains,</li> <li>- Carbures en bout de carbures lamellaires de morphologie globulaire.</li> </ul>	Stagnation de la dureté.
1000 h	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Apparition de <math>M_{23}C_6</math> en forme de bâtonnets,</li> <li>- Décomposition très avancée des <math>M_6C</math> en <math>M_{23}C_6</math>.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Disparition de la majorité des <math>M_{23}C_6</math> lamellaires aux joints de grains,</li> <li>- Joints de grains majoritairement ondulés.</li> </ul>	Diminution lente de la dureté.

### III.2.4.3. Vieillissements thermiques à 950°C

De manière similaire, un récapitulatif des principales évolutions microstructurales durant des vieillissements thermiques à 950°C pour l'Inconel 617 et pour le Haynes 230 associé à l'évolution de dureté est présenté dans le Tableaux III-5 et III-6 respectivement. Comme à 850°C, la majorité des évolutions microstructurale à 950°C se sont déroulées pendant les 1000 premières heures de vieillissement pour l'Inconel 617 et les 100 premières heures pour le Haynes 230.

Tableau III-5 : Récapitulatif des principales évolutions microstructurales et de l'évolution de dureté associée de l'Inconel 617 au cours de vieillissements thermiques à 950°C.

Durée de vieillissement	Evolutions microstructurales intragranulaires	Evolutions microstructurales intergranulaires	Evolutions de dureté
1 h	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Apparition de carbures <math>M_{23}C_6</math> en nombre limité et de taille importante suivant les lignes de glissement,</li> <li>- Apparition de carbures secondaires plus nombreux et plus fins autour des précipités primaires.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Formation de carbures secondaires de morphologie dendritique de taille importante dans le plan des joints de grains et en bout de macle,</li> <li>- Formation de carbures lamellaires <math>M_{23}C_6</math> de part et d'autre des joints en bout de macle.</li> </ul>	Augmentation de la dureté par rapport à l'état de réception.
10 h	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Augmentation de la taille et diminution du nombre des <math>M_{23}C_6</math> suivant les lignes de glissement,</li> <li>- Carbures secondaires identiques autour des précipités primaires.</li> </ul>	Début de dissolution des carbures lamellaires de part et d'autre des joints en bout de macle.	Stagnation de la dureté.
100 h	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Augmentation de la taille et diminution du nombre des <math>M_{23}C_6</math> suivant les lignes de glissement,</li> <li>- Décomposition de surface des <math>Ti(C,N)</math> en <math>M_6C</math> et <math>M_{23}C_6</math>.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Carbures secondaires aux joints de grains et en bout de macle compacts,</li> <li>- Dissolution avancée des carbures lamellaires de part et d'autre des joints en bout de macle.</li> </ul>	Stagnation de la dureté.
1000 h	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Disparition de la majorité des <math>M_{23}C_6</math> suivant les lignes de glissement en périphérie des grains,</li> <li>- Décomposition avancée des <math>Ti(C,N)</math> en <math>M_6C</math> et <math>M_{23}C_6</math>.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Dissolution complète des carbures lamellaires de part et d'autre des joints en bout de macle,</li> <li>- Morphologie plus globulaire des carbures aux joints de grains.</li> </ul>	Stagnation de la dureté.
5000 h	Poursuite des évolutions observées au bout de 1000 h	Morphologie presque uniquement globulaire de carbures de type $M_6C$ et $M_{23}C_6$ aux joints de grains.	Diminution très lente de la dureté.

Tableau III-6 : Récapitulatif des principales évolutions microstructurales et de l'évolution de dureté associée du Haynes 230 au cours de vieillissements thermiques à 950°C.

Durée de vieillissement	Evolutions microstructurales intragranulaires	Evolutions microstructurales intergranulaires	Evolutions de dureté
1 h	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Apparition de carbures <math>M_{23}C_6</math> de faible taille suivant les lignes de glissement plus nombreux autour des <math>M_6C</math>,</li> <li>- Décomposition de surface peu importante des <math>M_6C</math> en <math>M_{23}C_6</math>.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Formation de carbures secondaires compacts dans le plan des joints de grains,</li> <li>- Apparition de rares cellules de carbures lamellaires perpendiculairement au plan des joints.</li> </ul>	Augmentation de la dureté par rapport à l'état de réception.
10 h	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Augmentation de la taille et diminution du nombre des <math>M_{23}C_6</math> suivant les lignes de glissement (peu nombreux),</li> <li>- Début de coalescence des <math>M_6C</math> aux joints de grains.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Morphologie des carbures aux joints de grains plus globulaire,</li> <li>- Début de disparition des carbures <math>M_{23}C_6</math> lamellaires.</li> </ul>	Stagnation de la dureté.
100 h	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Augmentation de la taille et diminution du nombre des <math>M_{23}C_6</math> suivant les lignes de glissement,</li> <li>- Coalescence avancée des <math>M_6C</math> aux joints de grains.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Morphologie des carbures aux joints de grains plus globulaire,</li> <li>- Dissolution avancée des carbures <math>M_{23}C_6</math> lamellaires,</li> <li>- Formation de carbures <math>M_{23}C_6</math> de taille importante et très localisés.</li> </ul>	Diminution importante de la dureté.
1000 h	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Disparition de la majorité des <math>M_{23}C_6</math> suivant les lignes de glissement,</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Morphologie des carbures aux joints de grains uniquement globulaire,</li> <li>- Dissolution totale des carbures <math>M_{23}C_6</math> lamellaires,</li> <li>- Augmentation importante de la taille des carbures <math>M_{23}C_6</math> localisés.</li> </ul>	Diminution lente de la dureté.

### III.3. Analyse Thermique Différentielle (ATD)

#### III.3.1. Description des essais

Les essais d'Analyse Thermique Différentielle ou ATD ont été effectués sur la barre d'Inconel 617 de diamètre 50 mm à l'Institut Carnot CIRIMAT de Toulouse afin de savoir si cette technique permettait de détecter les modifications microstructurales fines apparaissant lors du chauffage et du refroidissement. Trois cycles consécutifs de chauffage et de refroidissement ont été réalisés sur un même échantillon issu du cœur de la barre. Les vitesses de montée et de descente en température ont été fixées  $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$  pour simuler les phases transitoires des essais mécaniques. Un maintien de 20 minutes à  $1270^{\circ}\text{C}$  est enfin réalisé pour dissoudre l'intégralité des carbures secondaires, le traitement de remise en solution à  $1177^{\circ}\text{C}$  n'étant pas suffisant pour les dissoudre totalement. Des essais complémentaires ont également été réalisés et seront présentés dans le paragraphe III.3.3.

#### III.3.2. Analyse des résultats d'ATD pour un échantillon en cœur de barre

##### III.3.2.1. Présentation générale des résultats

En se penchant sur les courbes ATD obtenues pendant les trois cycles successifs effectués sur un échantillon prélevé en cœur de barre, de nombreux pics apparaissent sur la Figure III-26. Pour la suite, ces pics seront notés de A à F.

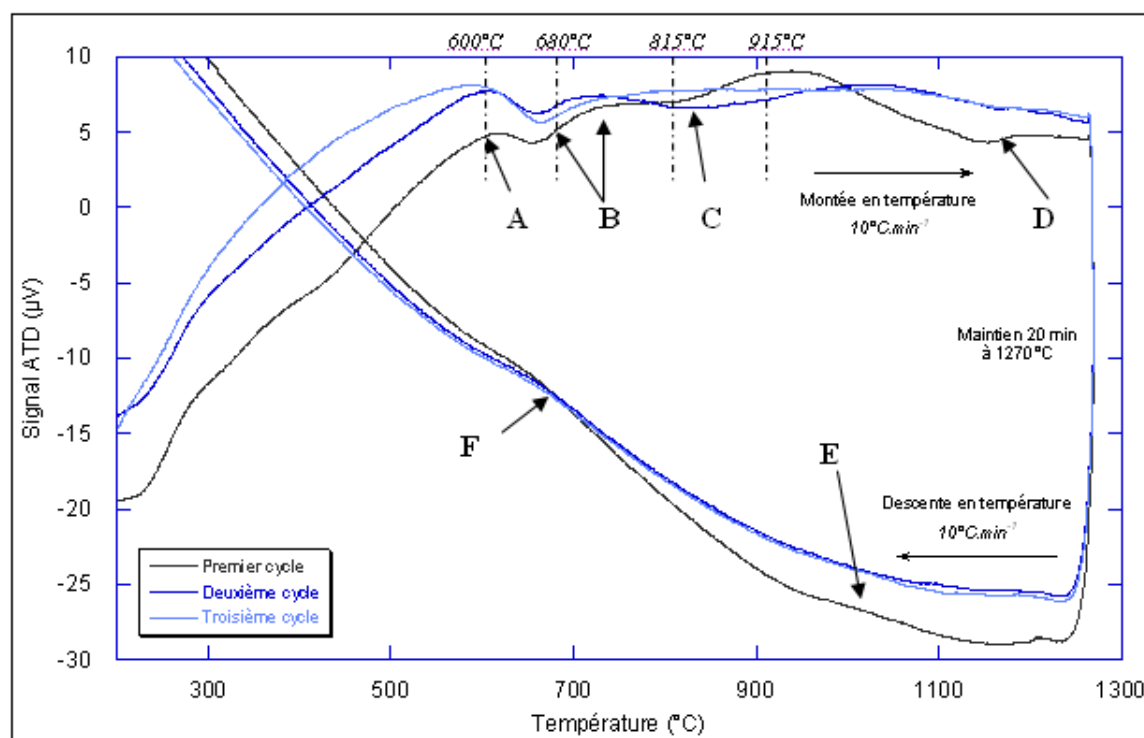


Figure III-26 : Variation du signal avec la température des trois essais successifs d'Analyse Thermique Différentielle effectués sur un échantillon en Inconel 617 issu du cœur de la barre  $\varnothing$  50 mm, les zones A à F montrent des variations de signal pouvant correspondre à des évolutions de microstructure ; les lignes pointillées symbolisent les températures d'interruption d'essais pour examen microstructural.

Afin de corréler certaines des interprétations des courbes ATD avec la microstructure de l'Inconel 617, des échantillons prélevés au cœur de la barre ont subi des montées en



température avec une vitesse de  $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$  dans un four sous air suivies d'une trempe à l'eau à différentes températures suivant la courbe ATD du premier cycle (Figure III-26) :

- A  $600^{\circ}\text{C}$  pour se placer au niveau du pic A ;
- A  $680^{\circ}\text{C}$  pour se placer entre les pics A et B ;
- A  $815^{\circ}\text{C}$  pour se placer vers le pic C ;
- Enfin à  $915^{\circ}\text{C}$  pour se placer après le pic C.

La microstructure de ces échantillons a ensuite été observée en microscopie optique et en microscopie électronique à balayage et en transmission. La microstructure de l'échantillon d'ATD cyclé 3 fois a également été observée.

#### III.3.2.2. Examen microstructural

- *Echantillon d'ATD :*

La comparaison de la microstructure entre l'état de réception et l'échantillon d'ATD au terme des trois cycles est présentée sur la Figure III-27. Du fait des trois cycles, la taille de grains a fortement augmenté avec des joints de grains rectilignes, signe que les précipités intergranulaires ont été totalement dissous lors des passages à haute température.

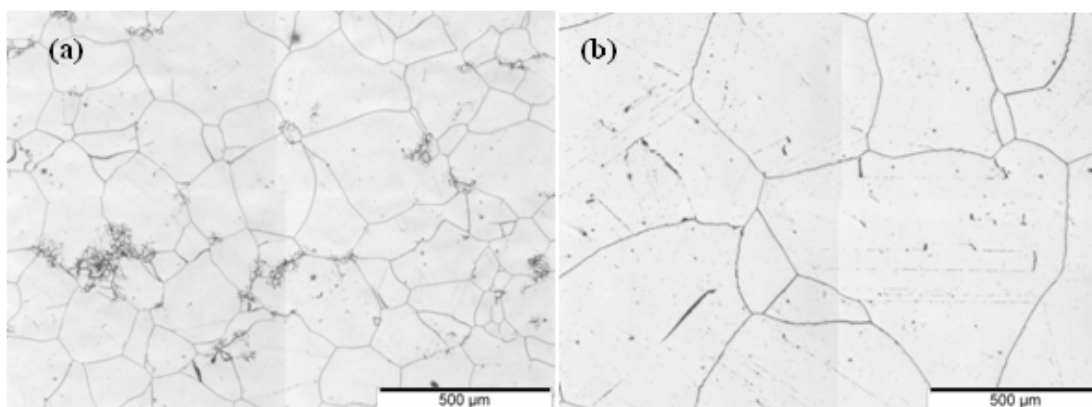


Figure III-27 : Comparaison de la microstructure du cœur de la barre de diamètre 50 mm en Inconel 617 et de l'échantillon ayant subi trois cycles jusqu'à  $1270^{\circ}\text{C}$  (maintien 20 min) avec une vitesse de montée et de descente en température de  $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$  : (a) Etat de réception, (b) échantillon ATD.

L'observation des joints de grains et des joints en bout de macles montre la présence de carbures  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  de morphologie dendritique, ces derniers ayant précipité lors du dernier refroidissement (Figure III-28 (a)). Des carbures lamellaires apparaissent de part et d'autre des joints en bout de macles. Cette précipitation rappelle celle observée pour des vieillissements de courtes durées à  $950^{\circ}\text{C}$  même si leur taille est moins importante. De petits carbures secondaires peu nombreux sont également observés à l'intérieur des grains (Figure III-28 (b)). Leur répartition est similaire à celle rencontrée pour les échantillons vieillis 5000 h à  $950^{\circ}\text{C}$ . Concernant les carbures primaires, les  $\text{M}_6\text{C}$ , principalement présents à l'état de réception sous forme d'alignements, ont totalement disparu du fait des maintiens à haute température. Des  $\text{Ti}(\text{C},\text{N})$  peuvent cependant être observés au sein du matériau après les trois cycles d'ATD mais la taille de ces derniers est plus faible qu'à l'état de réception. Les  $\text{Ti}(\text{C},\text{N})$  sont plus stables que les carbures de type  $\text{M}_6\text{C}$ .

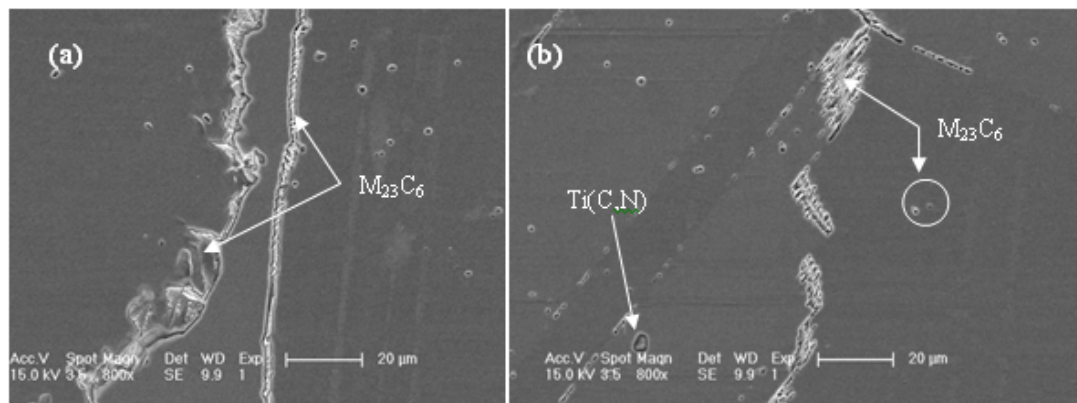


Figure III-28 : Microstructure de l'échantillon ayant subi trois cycles jusqu'à 1270°C (maintien 20 min) avec une vitesse de montée et de descente en température de 10°C.min<sup>-1</sup> : (a) Précipités intergranulaires (MEB SE), (b) Précipités intragranulaires et en bout de macle (MEB SE).

- Montée interrompue à 600°C :

En se référant à la littérature, WU [WU 06] observe des précipités  $\gamma'$  de  $Ni_3Al$  dans cette gamme de température (482°C - 600°C) qui pourraient correspondre à la zone A. Cependant, aucun précipité de ce type n'a pu être observé dans la barre d'Inconel 617 de diamètre 50 mm utilisée pour cette étude ( Figure III-29 (a)). De même, aucun carbure  $M_{23}C_6$  n'est visible sur les lignes de glissement. Seules les dislocations sont observables à l'intérieur des grains. Cependant, la précipitation de carbures secondaires de type  $M_{23}C_6$  a débuté au niveau de tous les joints de grains, ces derniers étant visibles sur la Figure III-29 (b). De manière similaire, les joints situés en bout de macle sont le siège d'une précipitation de carbures secondaires. Pour rappel, seuls les joints situés à proximité des zones de forte concentration de carbures primaires présentaient ce type de précipités secondaires à l'état de réception.

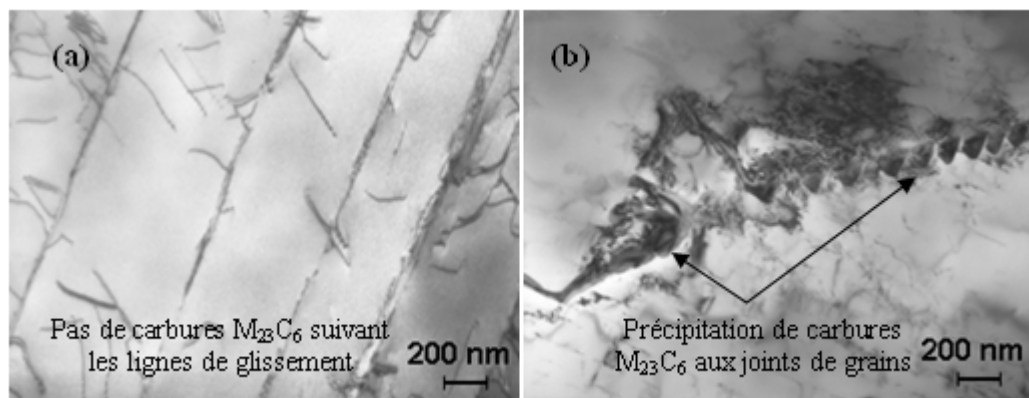


Figure III-29 : Microstructure d'un échantillon d'Inconel 617 ayant subi une montée en température jusqu'à 600°C à une vitesse de 10°C.min<sup>-1</sup> puis trempé à l'eau : (a) Pas de précipitation intragranulaire (MET), (b) Précipitation intergranulaire (MET).

- Montée interrompue à 680°C :

L'observation en microscopie électronique en transmission de l'échantillon trempé à 680°C montre que la microstructure n'a pas évolué par rapport à l'échantillon trempé à 600°C. Aucun carbure n'est observable suivant les lignes de glissement et la taille des carbures aux joints de grains reste quasiment inchangée (Figure III-30).

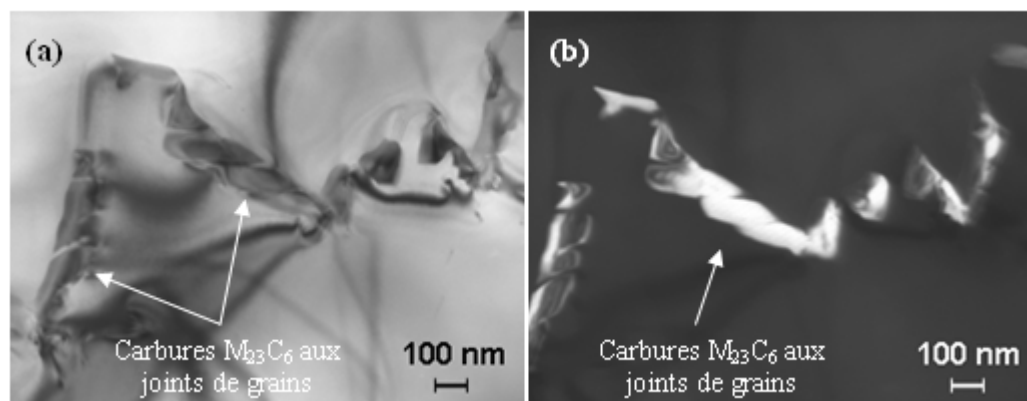


Figure III-30 : Microstructure d'un échantillon d'Inconel 617 ayant subi une montée en température jusqu'à 680°C à une vitesse de 10°C.min<sup>-1</sup> suivie d'une trempe à l'eau : (a) Précipitation intergranulaire en champ clair (MET), (b) Précipitation intergranulaire en champ sombre (MET).

- Montée interrompue à 815°C :

La taille des carbures intergranulaires précipités à plus basse température a augmenté par rapport aux échantillons trempés à plus basse température. Ce phénomène est visible sur la Figure III-31 (a). Au niveau intragranulaire, des carbures secondaires de type  $M_{23}C_6$  sont apparus suivant les lignes de glissement (Figure III-31 (b)). Ces précipités sont visibles à l'échelle de la microscopie électronique en transmission mais pas à balayage.

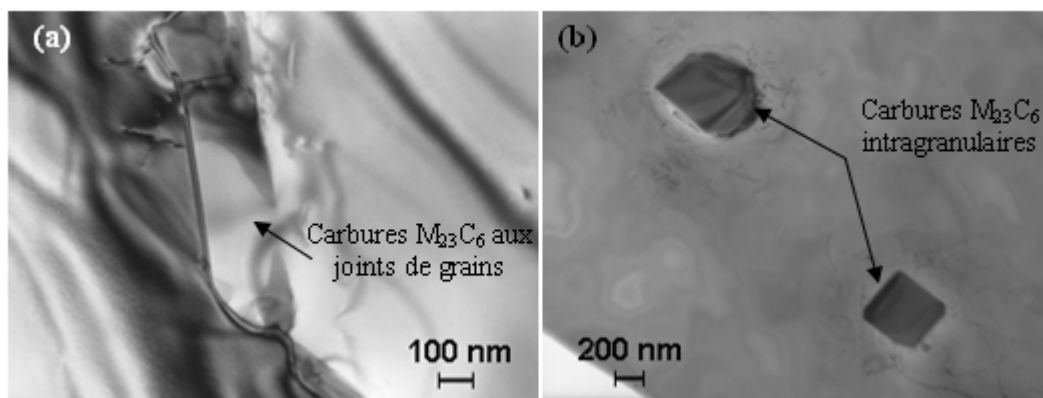


Figure III-31 : Microstructure d'un échantillon d'Inconel 617 ayant subi une montée en température jusqu'à 815°C à une vitesse de 10°C.min<sup>-1</sup> suivie d'une trempe à l'eau : (a) Précipitation intergranulaire (MET), (b) Précipitation de carbures secondaires intragranulaires (MET).

- Montée interrompue à 915°C :

A 915°C, la dissolution des carbures primaires  $Ti(C,N)$  commence à se produire. En effet, les arêtes vives que présentaient ces carbures à l'état de réception montrent des entailles visibles sur la Figure III-32 (a). Concernant les autres carbures primaires, seule la décomposition des  $M_6C$  facettés est visible (Figure III-32 (b)). La présence de carbures secondaires de taille plus importante sur les lignes de glissement autour des  $Ti(C,N)$  et des  $M_6C$  que dans le reste de la matrice (non visibles à l'échelle de la microscopie électronique à balayage) prouve la présence d'une plus grande quantité de carbone autour des carbures primaires provenant de leur dissolution (Figure III-32).

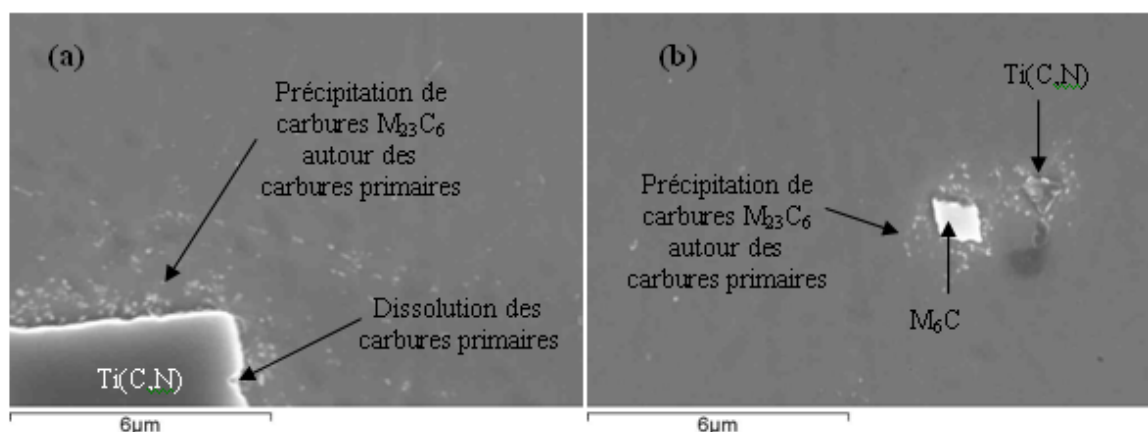


Figure III-32 : Microstructure d'un échantillon d'Inconel 617 ayant subi une montée en température jusqu'à 915°C à une vitesse de 10°C.min<sup>-1</sup> suivie d'une trempe à l'eau : Précipitation de carbures secondaires autour d'un  $Ti(C,N)$  (a) et d'un  $M_6C$  (b) (MEB).

### III.3.2.3. Identification des pics

A partir des courbes ATD des trois cycles successifs, des lignes de base ont été tracées sur la Figure III-33 afin d'orienter les différents pics observés du côté endothermique ou exothermique pendant la montée en température. Les courbes ont été décalées verticalement pour une meilleure comparaison. Pour rappel, le signal ATD correspond à la différence de température entre l'échantillon et la référence, dans le cas présent de l'alumine. Ainsi, un pic orienté vers le haut par rapport à la ligne de base correspond à un phénomène exothermique comme une précipitation et inversement dans le cas d'un phénomène endothermique comme une dissolution.

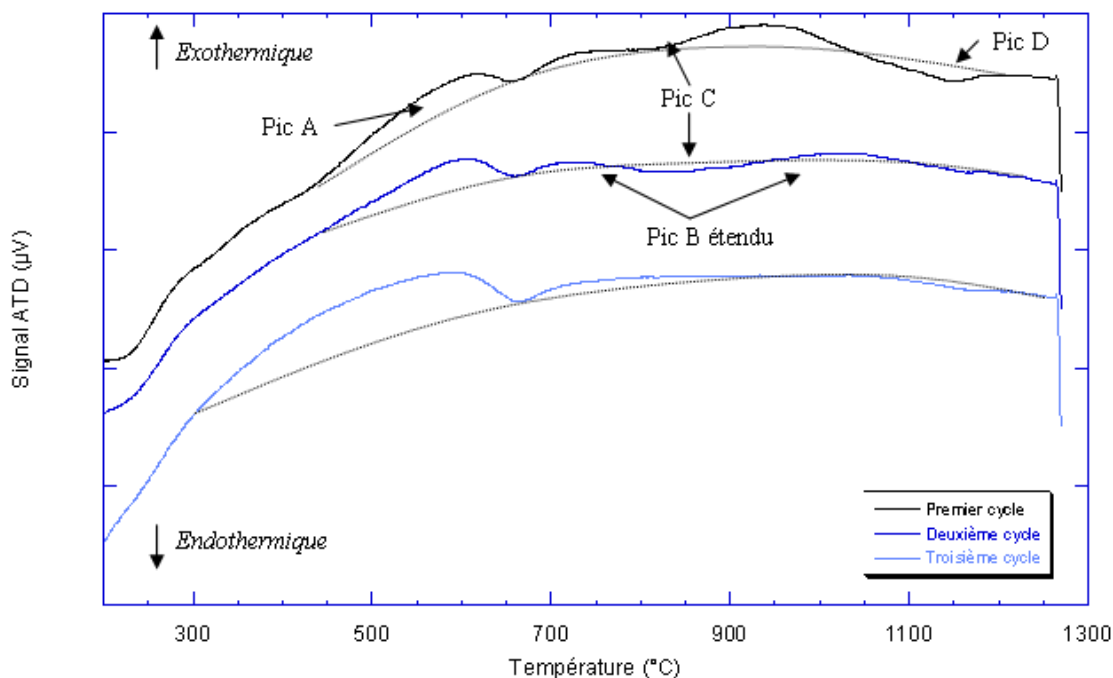


Figure III-33 : Variation du signal en fonction de la température lors de la montée en température des trois cycles d'Analyse Thermique Différentielle effectués sur un échantillon en Inconel 617 issu du cœur de la barre Ø 50 mm avec les lignes de base présumées en traits pointillés.

Un certain nombre d'hypothèses sur la signification des différents pics est possible. Les plus vraisemblables sont les suivantes :

➤ *Pic A :*

Si les lignes de base pour les trois essais correspondent aux tracés en pointillés sur les trois graphiques de la Figure III-33, le pic A exothermique se termine vers 680°C pour les trois essais. Le début de cette transformation exothermique n'est clairement visible que sur les deux premiers cycles. Cette dernière se situe vers 430°C. En se référant à la microstructure de l'échantillon trempé à 600°C, le pic A exothermique est vraisemblablement dû à la précipitation intergranulaire des carbures de type  $M_{23}C_6$ .

➤ *Pic B :*

Le problème majeur concernant cette zone est de savoir si la variation du signal doit être prise comme un pic endothermique avec un minimum vers 680°C ou exothermique dont le maximum se situe juste au-dessus de 700°C. En se référant à la littérature, Gariboldi et al. [GARIBOLDI 08] montrent une courbe d'ATD dont l'allure est identique à celle présentée dans cette étude dans l'intervalle de température [500°C – 800°C] pour l'Inconel 617 à l'état de réception. Pour ces auteurs, la variation de signal par rapport à la ligne de base correspond au pic endothermique et serait due à la dissolution d'une phase  $Ni_2Cr$  dont aucun autre auteur ne relate l'existence. L'étude microstructurale a montré que la microstructure de l'échantillon trempé à 680°C est identique à celle de l'échantillon trempé à 600°C. De plus, l'observation MET de l'échantillon trempé à 815°C a montré la présence de carbures  $M_{23}C_6$  intragranulaires uniquement pour cet échantillon. Ces résultats indiquent que le pic B correspond à un pic exothermique correspondant à la précipitation des carbures secondaires sur les lignes de glissement. Ce pic est très étendu et s'étale de 680°C à environ 975°C.

➤ *Pic C :*

En se référant à la microstructure de l'échantillon trempé à 915°C, le pic endothermique de la zone C peut être relié à la dissolution des carbures primaires de type  $M_6C$ . Lors du troisième cycle, le pic C n'est plus visible sur la courbe ATD de la Figure III-33, signe de la disparition de la majeure partie des  $M_6C$  au sein du matériau. La microstructure de l'échantillon au terme des trois cycles est en accord avec ce résultat. Au niveau de la littérature, Gariboldi et al. [GARIBOLDI 08] observent également un pic endothermique dont le minimum se situe vers 800°C dans de rares cas à l'état de réception. Ceci peut s'expliquer par l'hétérogénéité de précipitation des carbures primaires de type  $M_6C$  au cœur du matériau décrite dans le paragraphe III.1.1.2. Afin de vérifier ce phénomène, deux échantillons, l'un provenant du cœur de la barre, l'autre de la périphérie, ont subi un essai de courte durée jusqu'à 1000°C. En se référant à l'étude microstructurale de l'état de réception de la barre Ø 50 mm en Inconel 617 présentée dans le paragraphe III.1.1.2, l'échantillon issu de la périphérie de la barre contient beaucoup moins de carbures primaires de type  $M_6C$  que celui provenant du cœur de la barre. La comparaison des courbes ATD en montée en température dans l'intervalle de température [300°C – 1000°C] des deux échantillons est présentée sur la Figure III-34.

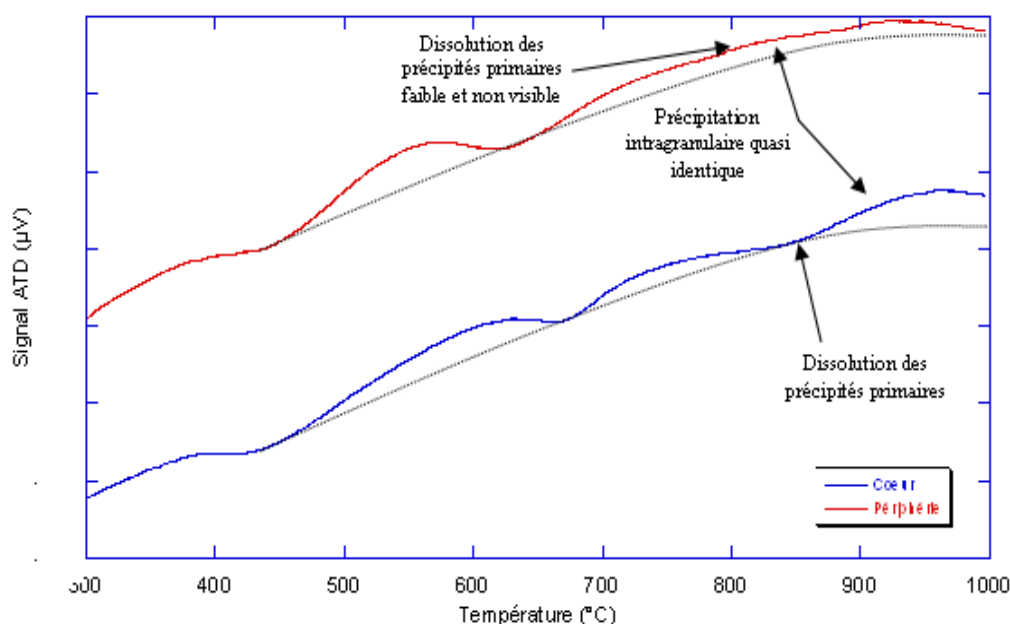


Figure III-34 : Comparaison de la variation du signal ATD en fonction de la température entre un échantillon prélevé au cœur et un autre en périphérie de la barre de diamètre 50 mm en Inconel 617 dans l'intervalle de température [700°C – 1000°C].

La courbe de l'échantillon issu du cœur de la barre montre bien un pic endothermique entre 800°C et 900°C, contrairement à celle de l'échantillon issu de la périphérie. Cette comparaison confirme la correspondance du pic endothermique avec la dissolution des carbures primaires, et plus précisément celle des carbures de type  $M_6C$  riches en Mo dont le nombre est beaucoup plus important au cœur de la barre que les  $Ti(C,N)$ , répartis de manière homogène sur l'intégralité de la barre. La Figure III-34 montre également que dans le cas de l'échantillon issu de la périphérie de la barre, le pic exothermique de la zone B correspondant à la précipitation des carbures intragranulaires et démarré vers 680°C s'étend jusqu'à plus de 1000°C. Le pic endothermique C correspond à la dissolution des carbures primaires qui incurve le pic exothermique B étendu de la précipitation des  $M_{23}C_6$  intragranulaires.

#### ➤ Pic D :

En se référant à la ligne de base du premier cycle (Figure III-33), un pic endothermique apparaît à partir de 1000°C jusqu'à 1200°C dont le minimum se situant vers 1150°C. Le pic D correspond à la dissolution des carbures secondaires intra et intergranulaires riches en Cr car d'après la littérature, cette température coïncide avec la température de dissolution des carbures de type  $M_{23}C_6$ . La diminution de l'amplitude de la zone endothermique avec le nombre de cycles est en accord avec l'augmentation de la taille des grains.

De manière similaire à la montée en température, les lignes de base ont été tracées sur la Figure III-35 pour les phases de descente en température. Les courbes ont été décalées verticalement pour une meilleure visualisation.

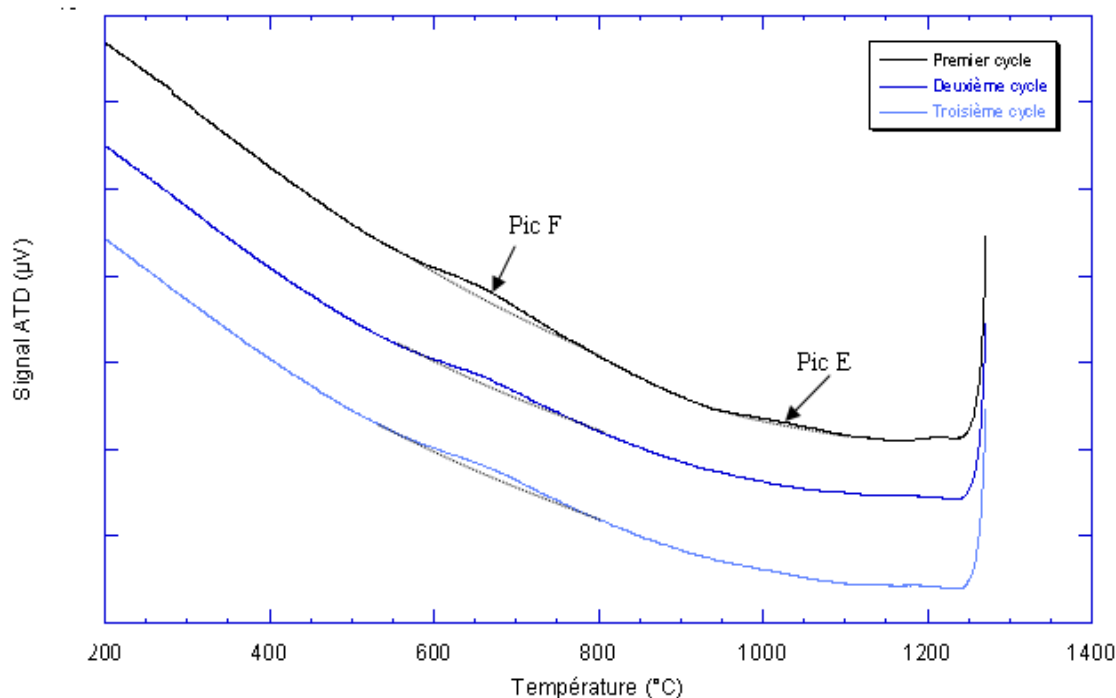


Figure III-35 : Variation du signal en fonction de la température lors de la descente en température des trois cycles d'Analyse Thermique Différentielle effectués sur un échantillon en Inconel 617 issu du cœur de la barre Ø 50 mm avec les lignes de base présumées en traits pointillés.

➤ *Pic E :*

Le pic exothermique E correspond à une précipitation se produisant uniquement lors du premier cycle à partir de 1100°C environ. En se référant à l'étude de la microstructure à l'issue des trois cycles d'ATD, seuls les carbures primaires de type  $M_6C$  ne sont plus présents dans le matériau. Cette zone correspondrait donc à la précipitation de carbures primaires de type  $M_6C$  riches en Mo durant le premier refroidissement. Ces précipités disparaissent totalement lors du deuxième cycle.

➤ *Pic F :*

Contrairement à la précédente, cette zone exothermique apparaît lors des phases de refroidissement des trois cycles, ce qui implique une précipitation persistante dans le matériau apparaissant à moyenne température (Figure III-35). L'étude de la microstructure de l'échantillon d'ATD à la fin du troisième cycle montre la présence de carbures secondaires de type  $M_{23}C_6$  de taille relativement importante aux joints de grains et en bout de macles, de part et d'autre des joints en bout de macles et de rares carbures intragranulaires. Ces résultats laissent supposer que le pic F exothermique correspond à la précipitation des carbures secondaires intra et intergranulaires.

### III.3.3. Autres informations tirées des essais d'ATD

#### III.3.3.1. Température de fusion de la barre Ø 50 mm en Inconel 617

La température maximale de l'un des essais ayant été fixée à 1370°C, la température de fusion a été dépassée lors de cet essai, cette dernière étant donnée par Special Metals dans l'intervalle de température [1332°C ; 1380°C]. La Figure III-36 montre que la fusion et la solidification sont des transitions facilement identifiables avec des pics endothermique et



exothermique d'amplitude importante. Cet essai permet de connaître la température de fusion de la barre d'Inconel 617 de diamètre 50 mm qui se situe vers 1365°C.

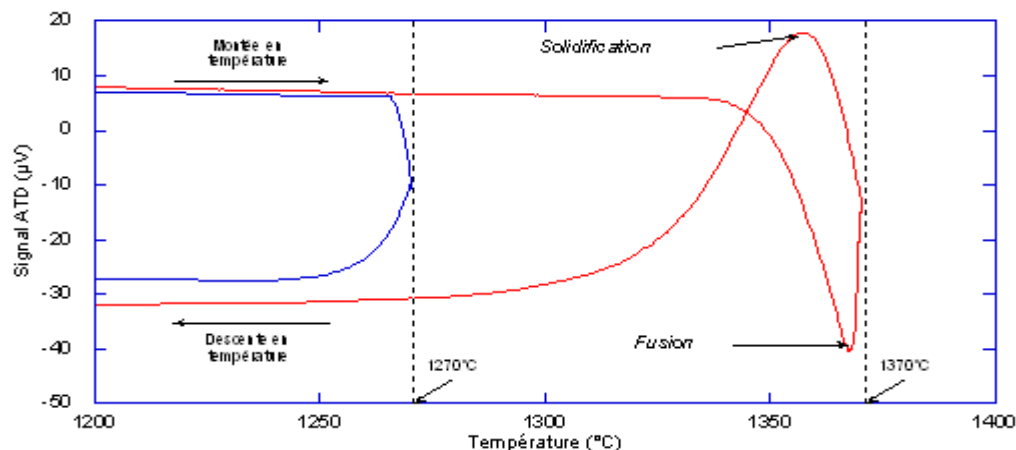


Figure III-36 : Identification de la fusion et de la solidification de l'Inconel 617 par ATD.

### III.3.3.2. Influence de la vitesse de montée en température

Gariboldi et al. ont étudié l'influence de la vitesse de montée en température sur les courbes d'ATD dans le cas de l'Inconel 617 à l'état de réception. Ils observent un décalage de la zone A vers les plus hautes températures. La comparaison des courbes ATD entre une montée en température fixée à 10°C.min<sup>-1</sup> et une montée à 50°C.min<sup>-1</sup> réalisée sur des échantillons issus du cœur de la barre et présentée sur la Figure III-37 permet la même observation. Ce décalage permet de conclure que le pic exothermique de la zone A provient bien d'une modification microstructurale et non d'un artefact dû au four. La Figure III-37 montre également que le pic endothermique de la dissolution des carbures primaires n'apparaît que pour l'échantillon ayant subi une vitesse de montée en température de 10°C.min<sup>-1</sup>.

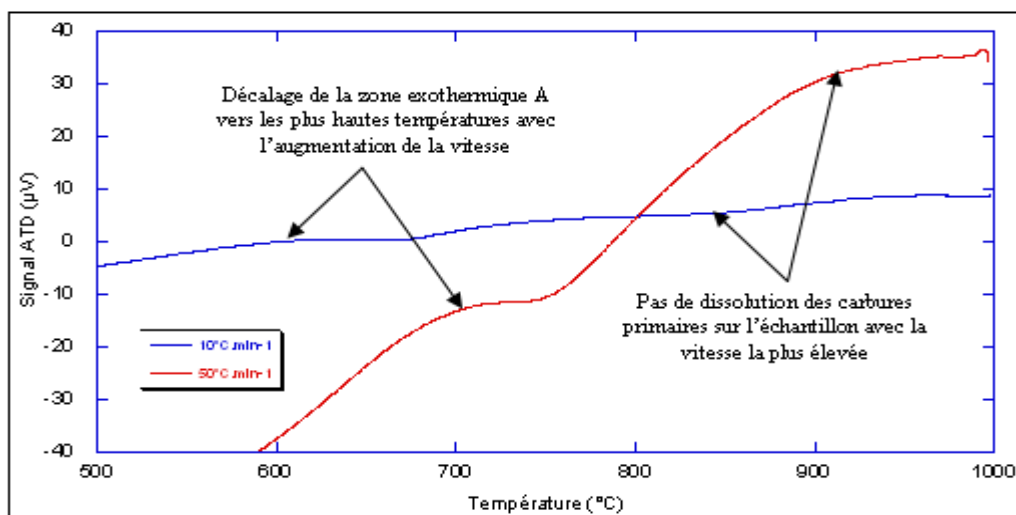


Figure III-37 : Influence de la vitesse de montée en température sur les courbes ATD d'échantillons issus du cœur de la barre Ø 50 mm en Inconel 617.

### III.3.4. Conclusions sur l'analyse thermique différentielle

Contrairement aux résultats d'Analyse Thermique Différentielle réalisés sur les aciers montrant des transitions de phase marquées (transition  $\alpha / \gamma$ ), les essais réalisés sur l'Inconel 617 ne permettent pas d'identifier de manière certaines les diverses précipitations et



dissolutions au sein du matériau, les pics du signal ATD étant de faible amplitude. Cependant, la microstructure d'échantillons trempés à des températures fixées suivant les résultats d'ATD a permis de proposer des explications quant à la signification des pics identifiés. Ces essais d'ATD mettent en évidence que les principales modifications microstructurales observées pour les vieillissements thermiques de 1 h à 850°C et 950°C commencent lors des montées et des descentes en température. Ces évolutions microstructurales sont identiques pour des montées en température jusqu'à 850°C et 950°C, bien qu'elles soient plus développées à 950°C. Les carbures  $M_{23}C_6$  intergranulaires sont les premiers à apparaître dans le matériau, aux alentours de 450°C lors des montées en température. Les précipités intragranulaires suivant les lignes de glissement apparaissent ensuite en dessous de 700°C. La décomposition des carbures primaires commence également à se produire bien avant 850°C. Pour les phases de refroidissement, seule la précipitation de carbures secondaires se produit dans le matériau.

## III.4. Microstructure après vieillissement thermique sous faible charge

### III.4.1. Inconel 617

#### III.4.1.1. Barre de diamètre 16 mm

Afin de vérifier l'influence d'une charge de 7 MPa au cours d'un vieillissement de 1000 h à 850°C et 950°C, une étude de la microstructure a été réalisée sur la barre en Inconel 617 de diamètre 16 mm après vieillissement thermique simple (VT) et vieillissement sous charge (VSC). De manière générale, l'ajout d'une faible contrainte pendant un vieillissement de 1000 h à 850°C ne semble pas modifier le nombre ni la taille des carbures secondaires suivant les lignes de glissement, ces derniers étant encore nombreux après 1000 h dans les deux cas comme le montrent les Figures III-38 (a) et (b). De même dans les deux cas, la morphologie des carbures intergranulaires de type  $M_{23}C_6$  dendritique en début de vieillissement change, ces derniers arborant à certains endroits une forme globulaire visible sur les Figures III-38 (c) et (d). Cette évolution est identique à celle observée pour la barre Ø 50 mm dans le cas d'un vieillissement thermique de 1000 h à 850°C (III.2.2.1). A 950°C, le constat est identique comme le montre la Figure III-39. Au niveau intragranulaire, les carbures secondaires sur les lignes de glissement sont majoritairement présents au cœur des grains et peu en périphérie. Leur taille est plus importante et leur nombre plus faible qu'à 850°C. Aux joints de grains, les  $M_{23}C_6$  ont une morphologie exclusivement globulaire.

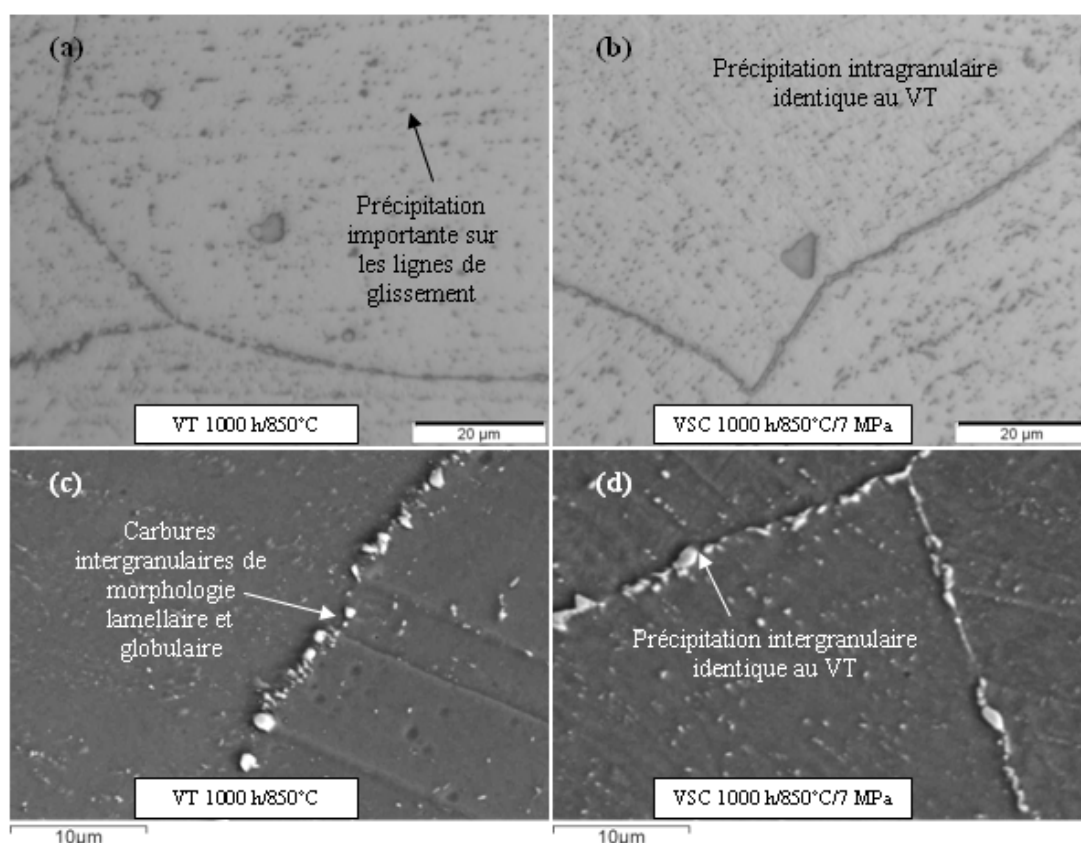


Figure III-38 : Comparaison de la microstructure de la barre en Inconel 617 de diamètre 16 mm après vieillissement thermique de 1000 h à 850°C avec ou sans charge : Vieillissement sans charge (a) MO et (c) MEB SE (VT), Vieillissement sous une charge de 7 MPa (b) MO et (d) MEB SE (VSC).

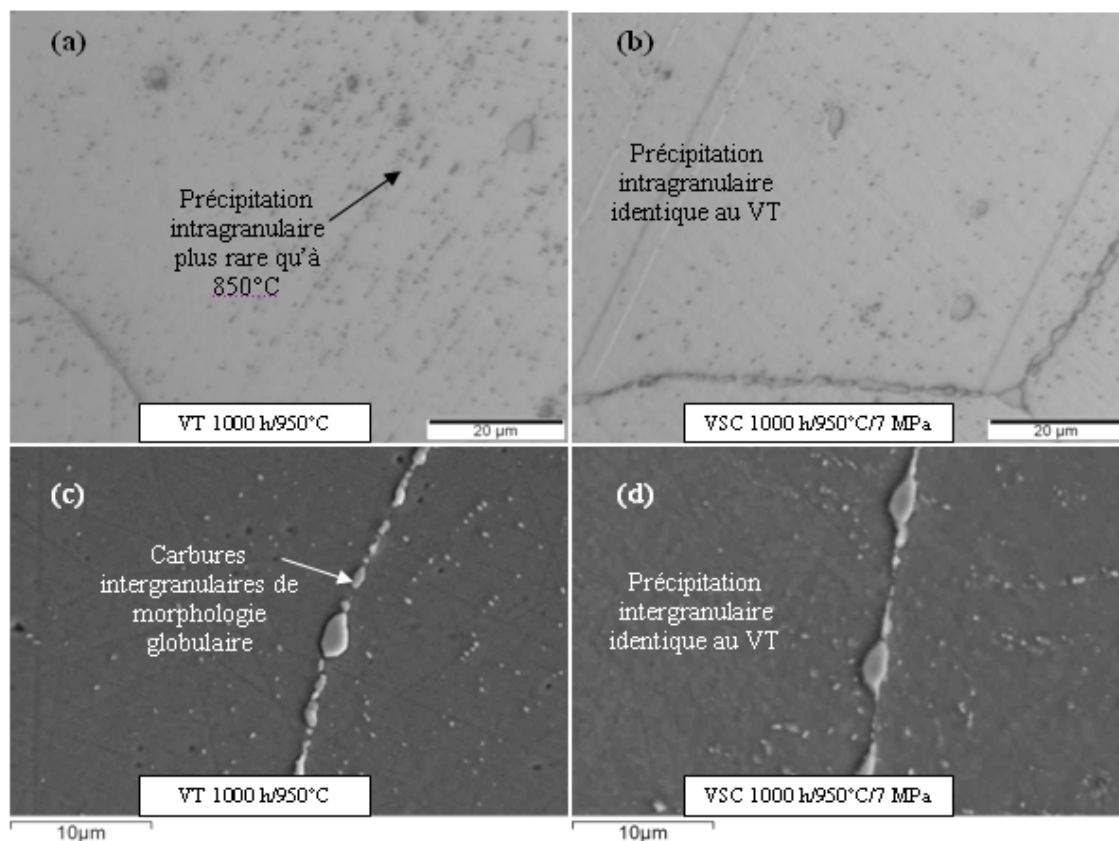


Figure III-39 : Comparaison de la microstructure de la barre en Inconel 617 de diamètre 16 mm après vieillissement thermique de 1000 h à 950°C avec ou sans charge : Vieillissement sans charge (a) MO et (c) MEB SE (VT), Vieillissement sous une charge de 7 MPa (b) MO et (d) MEB SE (VSC).

L'analyse de l'évolution de la dureté présentée sur la Figure III-40 est en accord avec l'étude microstructurale. Aux deux températures, la valeur moyenne de dureté du vieillissement thermique simple se situe dans la marge d'erreur du résultat du vieillissement sous charge et inversement. Comme pour la barre de diamètre 50 mm, la dureté de la barre Ø 16 mm après un VT et un VSC de 1000 h est plus élevée à 850°C qu'à 950°C mais les valeurs sont toutes plus élevées que l'état de réception.

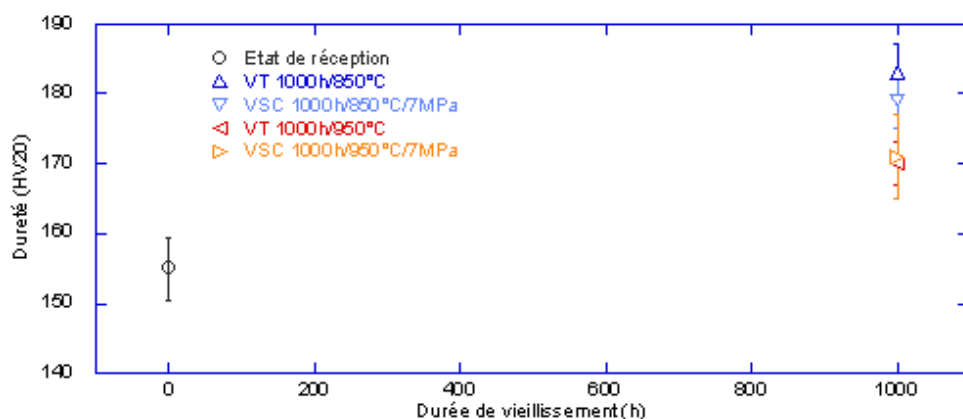


Figure III-40 : Evolution de la dureté en fonction des conditions de vieillissement thermique dans le cas de la barre en Inconel 617 de diamètre 16 mm (VT vieillissement thermique sans charge, VSC vieillissement sous charge).

### III.4.1.2. Barre de diamètre 25,4 mm

Comme dans le cas de la barre Ø 16 mm, l'ajout d'une contrainte de 7 MPa lors d'un vieillissement thermique de 1000 h (VSC) n'entraîne pas de modification microstructurale par rapport à un vieillissement simple (VT) à 850°C et 950°C (Figure III-41 et Figure III-42). L'étude de l'évolution de la dureté est en accord avec ces observations. La Figure III-43 indique que pour une température donnée, la valeur moyenne de la dureté de l'échantillon ayant subi un vieillissement thermique est très proche de celle de l'échantillon vieilli sous charge comme dans le paragraphe précédent. Cependant, malgré que les barres Ø 16 mm et Ø 25,4 mm en Inconel 617 soient issues de la même coulée, leurs microstructures après vieillissement thermique avec ou sans charge diffèrent de manière importante. En effet, la Figure III-41 montre que les précipités secondaires intragranulaires sont nombreux et de petite taille sur toute la section de la barre Ø 16 mm et au cœur de la barre Ø 25,4 mm après un vieillissement thermique avec ou sans charge à 850°C. En périphérie de la barre de plus gros diamètre, ces carbures sont rares et de beaucoup plus grande taille. La différence de microstructure entre les deux barres s'accroît après vieillissements à 950°C (Figure III-42). Les précipités intragranulaires suivant les lignes de glissement ont disparu sur toute la section de la barre Ø 25,4 mm, contrairement à la barre Ø 16 mm. Seule l'évolution de la précipitation intergranulaire est identique entre les deux barres. L'origine de ces différences microstructurales provient vraisemblablement des traitements thermomécaniques subis par le matériau avant la réception (cf. II.1.1).

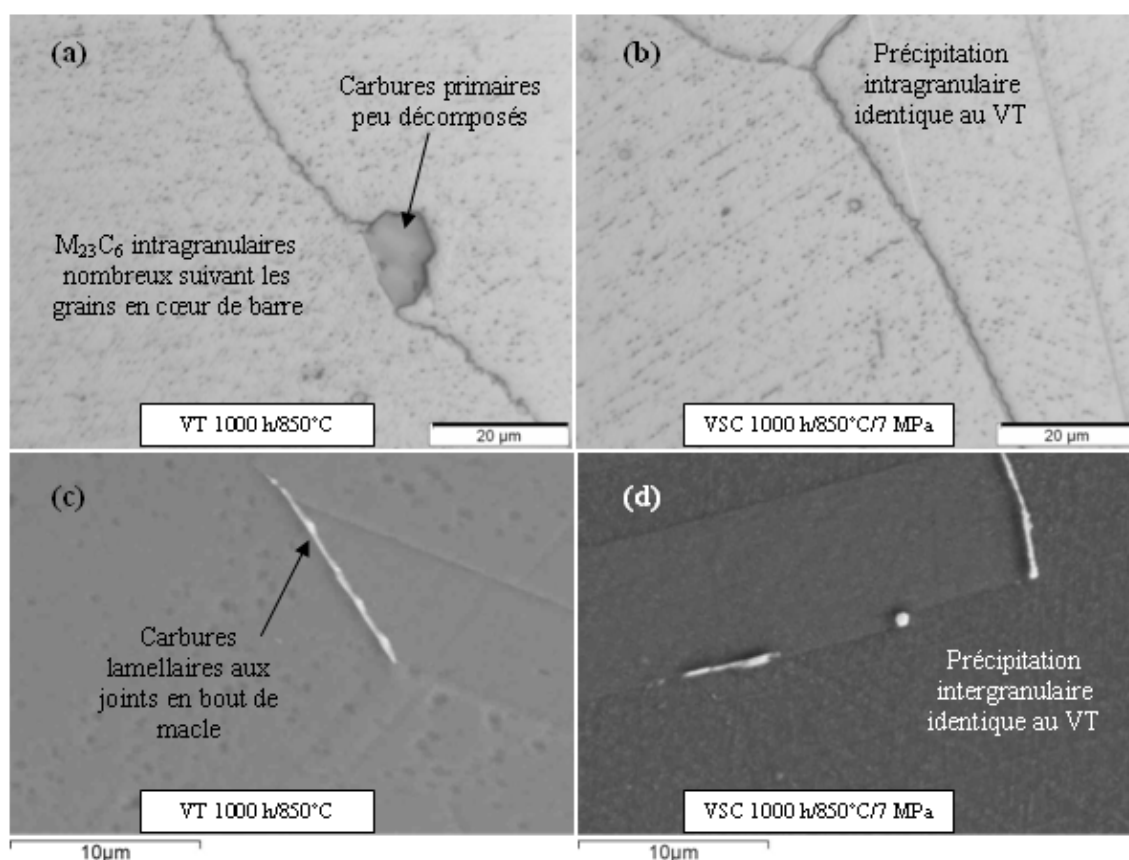


Figure III-41 : Comparaison de la microstructure de la barre en Inconel 617 de diamètre 25,4 mm après vieillissement thermique de 1000 h à 850°C avec ou sans charge : Vieillissement sans charge (a) MO et (c) MEB SE (VT), Vieillissement sous une charge de 7 MPa (b) MO et (d) MEB SE (VSC).

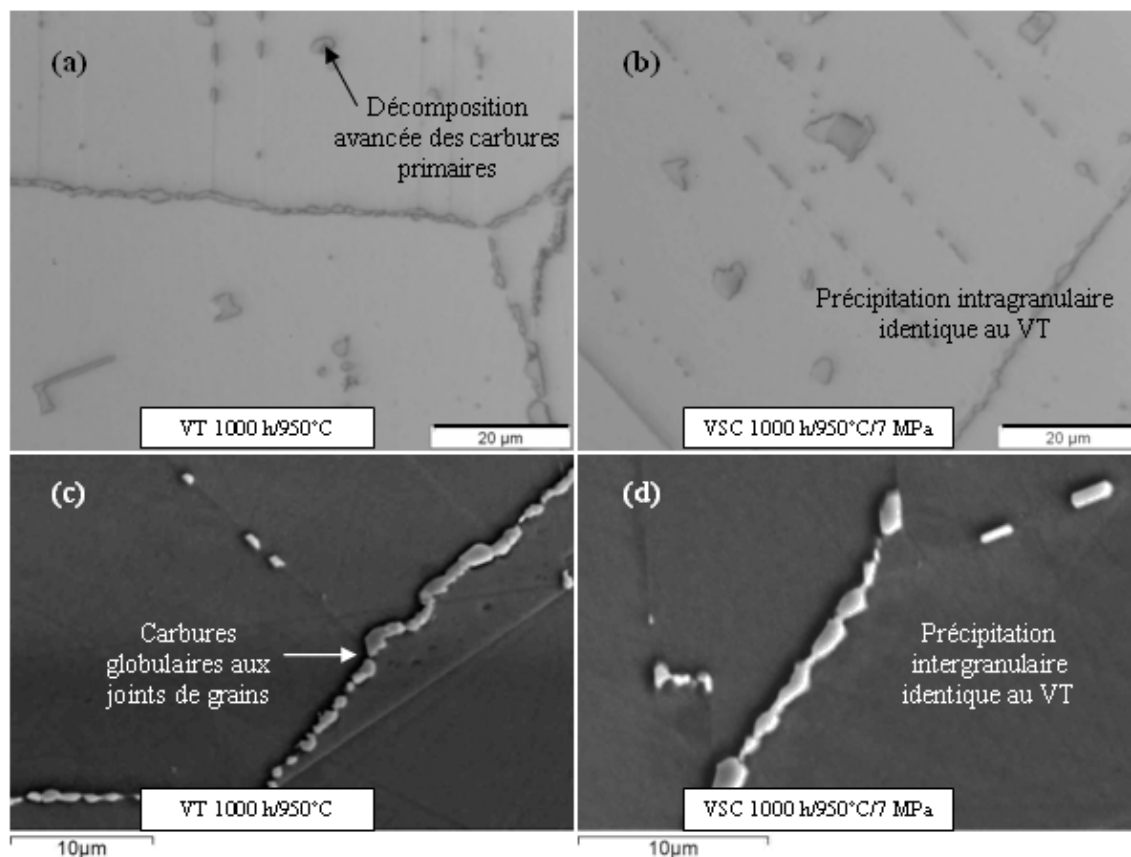


Figure III-42 : Comparaison de la microstructure de la barre en Inconel 617 de diamètre 25,4 mm après vieillissement thermique de 1000 h à 950°C avec ou sans charge : Vieillissement sans charge (a) MO et (c) MEB SE (VT), Vieillissement sous une charge de 7 MPa (b) MO et (d) MEB SE (VSC).

Cette hypothèse est confirmée par la différence de dureté à l'état initial qui est de 155 HV sur toute la section de la barre Ø 16 mm contre 201 HV au cœur de la barre Ø 25,4 mm et 385 HV en périphérie. L'écrouissage de la barre de plus fort diamètre a été plus important et le traitement de remise en solution n'a pas permis de le réduire au niveau de la barre de diamètre 16 mm. Ceci expliquerait que la dureté de la barre Ø 25,4 mm après VT et VSC à 850°C soit au même niveau que l'état de réception et plus importante que pour la barre Ø 16 mm, les vieillissements à cette température ne permettant pas encore de réduire cet écrouissage.

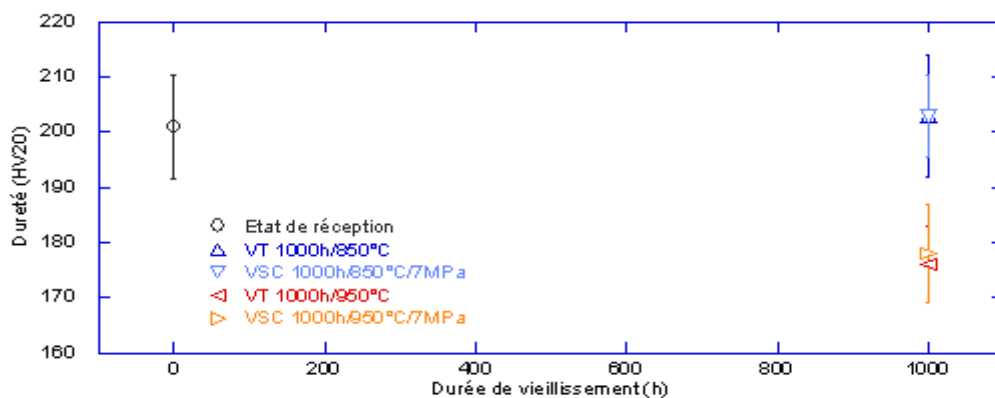


Figure III-43 : Evolution de la dureté en fonction des conditions de vieillissement thermique dans le cas de la barre en Inconel 617 de diamètre 25,4 mm (cœur de barre) (VT vieillissement thermique sans charge, VSC vieillissement sous charge).

Par contre, le VT et le VSC subis par la barre Ø 25,4 mm permettent de revenir à des niveaux de dureté quasi similaire à ceux subis par la barre Ø 16 mm. La comparaison entre ces barres ne sera pas plus développée dans le reste du manuscrit.

#### III.4.2. Haynes 230

Des carbures intergranulaires de morphologie lamellaire apparaissent dans la majorité des joints de grains du Haynes 230 après un vieillissement de 1000 h avec ou sans charge (cf. III.2.3.1). Aucune différence n'est visible concernant ces précipités comme le montrent les Figures II-44 (a) et (b). Cependant, au niveau intragranulaire, les carbures secondaires de type  $M_{23}C_6$  suivant les lignes de glissement apparaissent de taille plus importante après un vieillissement sous charge qu'après un vieillissement simple (Figures III-44 (c) et (d)).

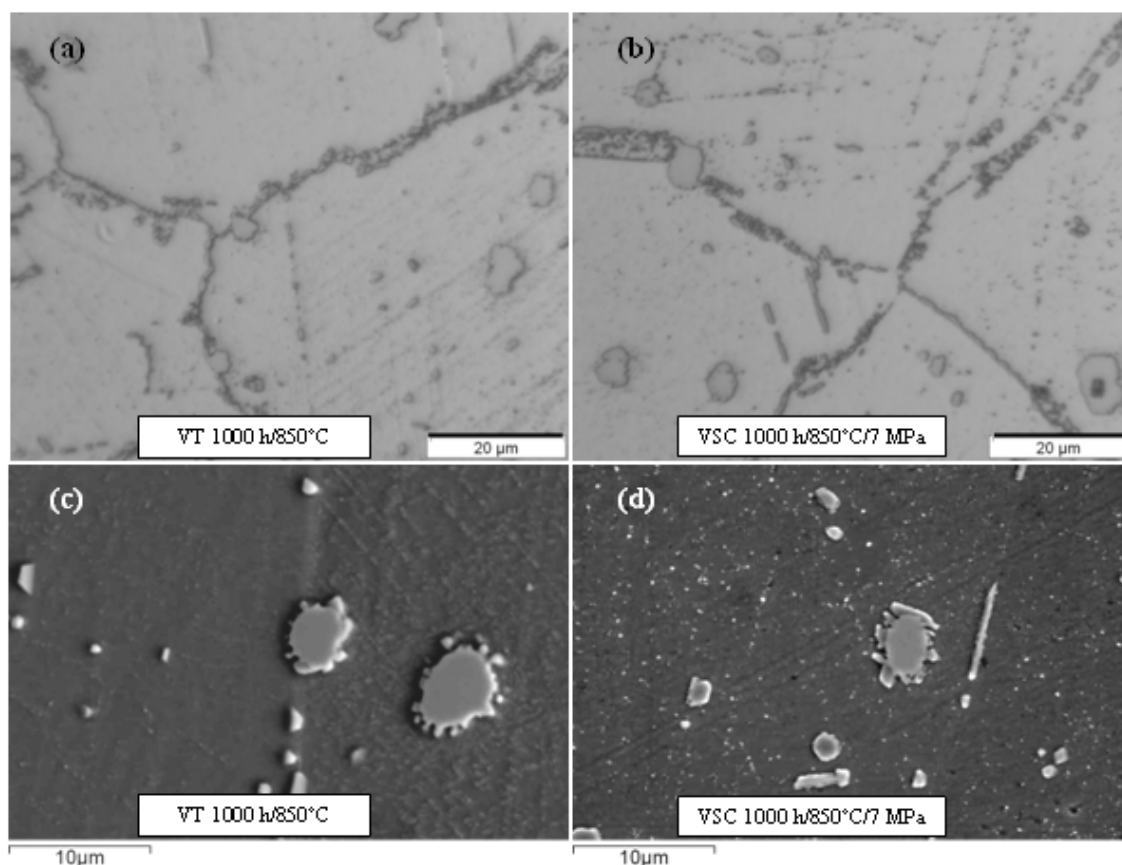


Figure III-44 : Comparaison de la microstructure du Haynes 230 après vieillissement thermique de 1000 h à 850°C avec ou sans charge : Vieillissement sans charge (a) MO et (c) MEB SE, vieillissement sous une charge de 7 MPa (b) MO et (d) MEB SE.

L'ajout d'une faible charge lors d'un vieillissement de 1000 h à 950°C a une influence plus faible sur la microstructure du Haynes 230. Avec ou sans charge, les échantillons vieillis montrent des carbures secondaires de taille importante au niveau de certains joints de grains (Figure III-45 (a) et (b)). Cependant, les carbures intragranulaires sont de taille légèrement plus importante après vieillissement sous charge mais sont répartis de manière identique au vieillissement thermique au cœur des grains. Dans les deux cas, aucun carbure secondaire n'est observable en périphérie des grains (Figures III-45 (c) et (d)). La différence de microstructure au niveau intragranulaire entre un vieillissement thermique sous charge et un vieillissement thermique simple à 850°C et 950°C indique que l'ajout d'une charge de 7 MPa lors d'un vieillissement de 1000 h permet la coalescence des carbures secondaires intragranulaires identique à une augmentation de durée de vieillissement aux deux

températures étudiées. L'augmentation de la diffusion du carbone du fait de la contrainte permet d'expliquer ce phénomène.

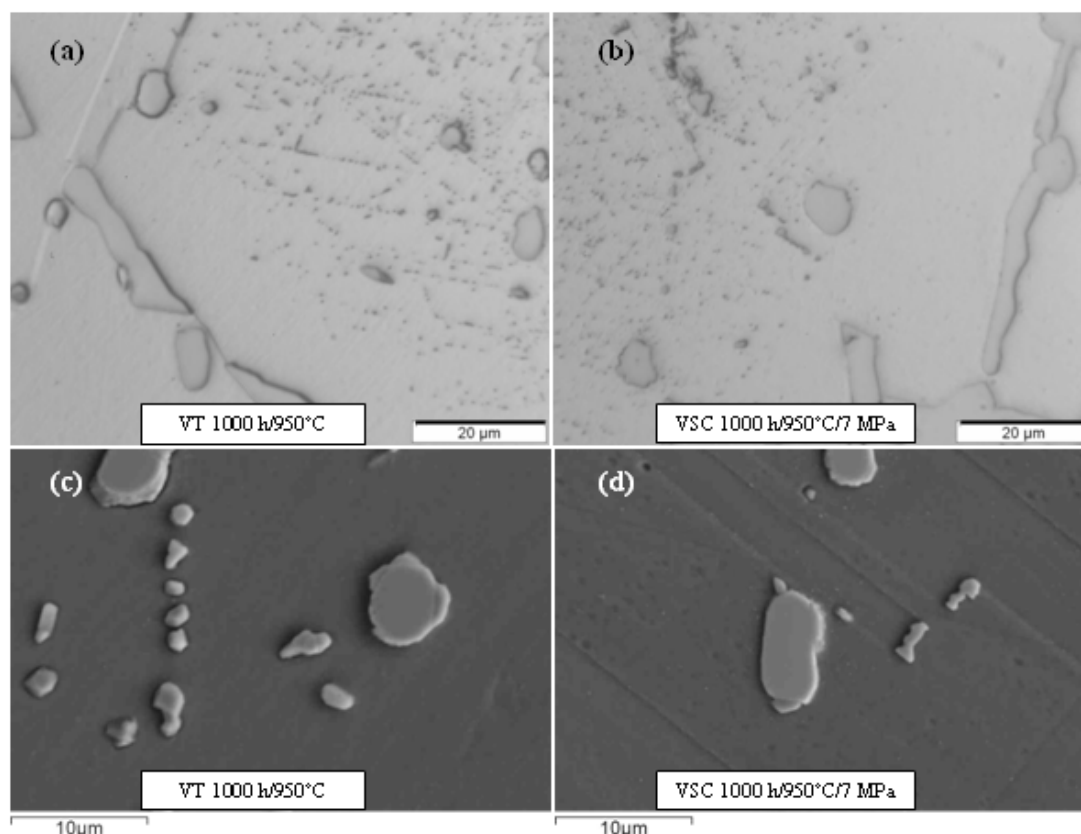


Figure III-45 : Comparaison de la microstructure du Haynes 230 après vieillissement thermique de 1000 h à 950°C avec ou sans charge : Vieillissement sans charge (a) MO et (c) MEB SE, vieillissement sous une charge de 7 MPa (b) MO et (d) MEB SE.

Cependant, en se référant à l'évolution de dureté en fonction de la durée de vieillissement présentée sur la Figure III-25 (b), une augmentation de la durée de vieillissement au-delà de 1000 h doit aboutir à une diminution de la dureté du Haynes 230. Or, la Figure III-46 montre que la valeur moyenne de dureté des échantillons vieillis sous charge est plus importante qu'après un vieillissement thermique simple.

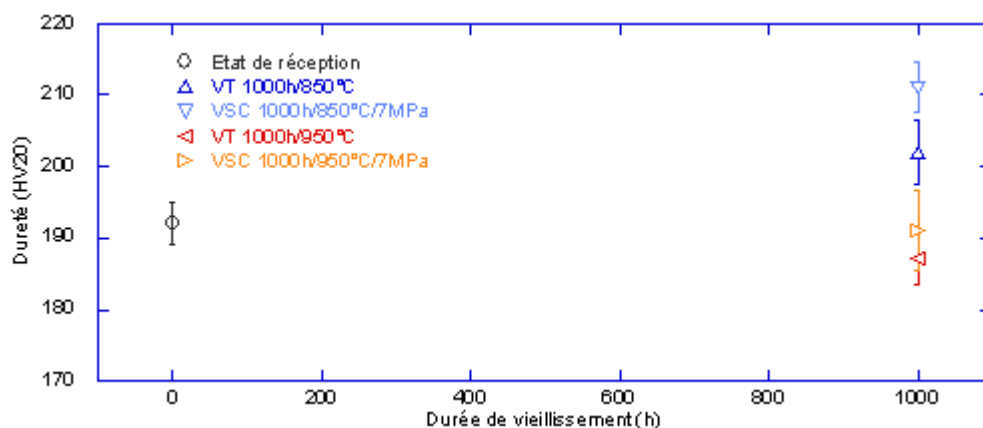


Figure III-46 : Evolution de la dureté en fonction des conditions de vieillissement thermique du Haynes 230 (VT vieillissement thermique sans charge, VSC vieillissement sous charge).



### III.4.3. Conclusions sur le vieillissement sous charge

La comparaison de la microstructure de l'Inconel 617 après un vieillissement thermique de 1000 h avec ou sans charge à 850°C ou 950°C a montré que l'application d'une charge de 7 MPa n'a pas d'influence sur la précipitation des carbures secondaires intra et intergranulaires ni sur la décomposition des carbures primaires. Ces résultats sont confirmés par des valeurs de dureté équivalentes. Pour le Haynes 230, l'ajout d'une charge lors d'un vieillissement de 1000 h ne modifie que la microstructure intragranulaire du matériau. En effet, les carbures intragranulaires suivant les lignes de glissements sont de taille légèrement plus importante après un vieillissement sous charge pouvant être le signe d'une diffusion assistée par la contrainte. Cependant au lieu de diminuer la dureté, l'ajout d'une faible charge durant le vieillissement augmente sa valeur.



Lire la seconde partie de la thèse